

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA**

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE MOLDAGEM NA ESTRUTURA E  
PROPRIEDADES DE PEÇAS DE PAREDES ESPESSAS E FINAS DE  
POLIPROPILENO ISOTÁTICO INJETADAS EM MOLDES-PROTÓTIPO  
FABRICADOS POR VAZAMENTO DE RESINA EPÓXI**

**Tese submetida à**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA**

**para a obtenção o grau de**

**DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**ANDREI ZWETSCH CAVALHEIRO**

**Florianópolis, Maio de 2007.**

INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE MOLDAGEM NA ESTRUTURA E  
PROPRIEDADES DE PEÇAS DE PAREDES ESPESSAS E FINAS DE POLIPROPILENO  
ISOTÁTICO INJETADAS EM MOLDES-PROTÓTIPO FABRICADOS POR VAZAMENTO  
DE RESINA EPOXI

ANDREI ZWETSCH CAVALHEIRO

esta tese foi julgada adequada para a obtenção do título de

**DOCTOR EM ENGENHARIA**

ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA

sendo aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

---

CARLOS HENRIQUE AHRENS, Dr. Eng. - Orientador

---

GEAN VITOR SALMORIA, Dr. Ing. – Co-Orientador

---

FERNANDO CABRAL, PhD. - Coordenador do Curso

**BANCA EXAMINADORA**

---

CARLOS HENRIQUE AHRENS, Dr. Eng - Presidente

---

ROSÁRIO ELIDA SUMAN BRETAS, Ph.D. - Relatora

---

NERI VOLPATO, Ph.D.

---

GUILHERME MARIS DE OLIVEIRA BARRA, Dr.

---

FERNANDO HUMEL LAFRATTA, Dr. Eng.

### **BIOGRAFIA DO AUTOR**

Andrei Zwetsch Cavaleiro, 33, é graduado em Engenharia Mecânica pela Universidade Federal da Santa Maria. Em 1998, defendeu sua dissertação de mestrado em Engenharia Mecânica - área Fabricação- na Universidade Federal de Santa Catarina, na. Desde 1997, é professor da Unidade de Sapucaia do Sul do Centro Federal de Educação Tecnológica de Pelotas, tendo atuado nos cursos Técnico em Plásticos e Tecnologia em Gestão da Qualidade na Transformação de Polímeros. Entre 2001 e 2003 foi docente conveniado do Curso de Engenharia de Materiais da Universidade do Extremo Sul Catarinense, em Criciúma.

Aos meus pais, Odilon e Elaine, pela vida, pela educação e pelo apoio constante.

À minha esposa Lenise, meu “Prêmio Nobel” em Paciência, Dedicação & Amor.

Aos meus queridos filhos Henrique e João Pedro.



## AGRADECIMENTOS

Ao prof. Carlos Henrique Ahrens, pela orientação do trabalho e ao “Caíco”, pela forma sempre paciente e positivista com a qual sempre respondeu aos meus momentos de dúvida, angústias e preocupações com o desenvolvimento do trabalho.

Ao prof. Gean Salmoria, pelas muitas horas de discussão técnica e incentivo ao trabalho.

Ao CNPq e à CAPES, pelo suporte financeiro através de bolsas de doutorado, taxa de bancada e estágio de doutorado na Univesità di Palermo, Italia.

Ai carissimi professori Stefano Piccarolo, Vincenzo “Enzo” La Carrubba e Valério Brucato, per l’orientazione del dottorato in sharing, per l’ospitalità con cui mi hanno ricevuto a Palermo e per il supporto finanziario per le attività laboratoriali in Italia e Portogallo.

Ringrazio tutta la “squadra” del Dicpm a Palermo, soprattutto gli amici con cui ho compartido più tempo ed esperienze (gastronomiche e calcistiche incluse): Alessandro, Zebbene, Francesco, Davide, Vincenzo e Daniel.

À prof. Maria Jovita Oliveira, da Universidade do Minho, pela gentileza em ceder o uso do micrótomo e do microscópio, etapa fundamental do meu trabalho. Da mesma forma, à “brazuca” Cibeli, quem executou o trabalho de microtomia e microscopia na UMinho.

Aos professores da banca examinadora, que aceitaram a dura empreitada de examinar 250 páginas de trabalho.

Ao Lelo, meu parceiro de Cimject, UMinho, francesinhas, estádios de futebol e Skype.

Ao compadre Diovani (e turma), colega e parceiro de tudo menos time de futebol.

Ao Assis (e turma), futuro escritor das “Memórias de um Pala Velho e Furado”, inesgotável fonte de descontração em meio à rotina.

A Peixoto, Priscila, Jana, Foggiato, Pereira e todos os demais colegas pós-graduandos do Cimject. Também à equipe de estagiários do laboratório, em especial a Anderson, Caio e Humberto, que passaram dezenas de horas vazando moldes e pilotando a máquina injetora para meus experimentos, e ao Clauber “Pereirinha”, pela mão com oculta ciência da infomática.

Aos diretores da Unidade Sapucaia do Sul do CEFET-RS, Carlos Alberto Bork e Armando Enderle (estendido à todos meus colegas servidores), pela liberação para o doutorado, pelo apoio dado ao longo do período de licença e no retorno à atividade docente.

Ao Gabiru, é claro.

A Florianópolis (mais uma vez), por ser a Ilha da Magia.

# SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	vii
LISTA DE TABELAS .....	xii
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS .....	xv
RESUMO .....	xix
ABSTRACT .....	xx
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>2</b>
1.1 ORGANIZAÇÃO DO DOCUMENTO .....	4
<b>2 CONSIDERAÇÕES SOBRE O PROCESSO DE MOLDAGEM POR INJEÇÃO.....</b>	<b>6</b>
2.1 VARIÁVEIS DE CONTROLE DA MOLDAGEM POR INJEÇÃO.....	6
2.1.1 Variáveis de controle do processo: as macrovariáveis .....	6
2.1.2 Variáveis de controle da máquina injetora: os parâmetros operacionais.....	7
2.1.3 Variáveis de controle da qualidade .....	9
2.1.4 Parâmetros de injeção.....	9
2.1.5 Índices termomecânicos do processo.....	10
2.2 DISTRIBUIÇÃO MORFOLÓGICA DO POLIPROPILENO NA ESPESSURA DE PEÇAS INJETADAS .....	11
2.2.1 Pele .....	12
2.2.2 Núcleo.....	16
2.2.3 Zona de Transição.....	16
<b>3 INJEÇÃO DE PEÇAS DE PAREDE FINA EM MOLDES METÁLICOS.....</b>	<b>21</b>
3.1 DEFINIÇÃO DE PEÇA COM PAREDES FINAS.....	21
3.2 PRINCIPAIS DIFERENÇAS DA INJEÇÃO DE PAREDES FINAS EM RELAÇÃO AO PROCESSO CONVENCIONAL .....	21
3.3 INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE MOLDAGEM NA ESTRUTURA E NAS PROPRIEDADES DAS PEÇAS DE PAREDE FINA .....	23
<b>4 MOLDES DE FABRICAÇÃO RÁPIDA EM RESINA PARA INJEÇÃO DE TERMOPLÁSTICOS ..</b>	<b>28</b>
4.1 INTRODUÇÃO A PROTOTIPAGEM RÁPIDA E FABRICAÇÃO RÁPIDA DE FERRAMENTAS.....	28
4.1.1 Estereolitografia (SL).....	30
4.1.2 Vazamento de Resina Epoxídica (VRE).....	31
4.2 ESTADO DA ARTE.....	33
4.2.1 Estudo dos tipos e das causas de falha dos moldes .....	34
4.2.2 Melhoria do desempenho térmico do molde .....	37
4.2.3 Comparação das propriedades das peças injetadas em moldes metálicos e de resina .....	38
4.2.4 Campo de aplicação dos moldes de fabricação rápida em resina .....	42
4.3 ANÁLISE DO ESTADO DA ARTE.....	43
4.3.1 Projeto do Molde .....	45
4.3.2 Preparação do Processo de Injeção .....	45
4.3.3 Parâmetros de Moldagem.....	46
<b>5 TEMA E OBJETIVOS DO TRABALHO.....</b>	<b>50</b>
5.1 DEFINIÇÃO DO TEMA .....	50
5.2 JUSTIFICATIVA DO TEMA .....	50
5.3 OBJETIVOS DO TRABALHO .....	51
<b>6 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>53</b>
6.1 JUSTIFICATIVA E CARACTERÍSTICAS DO POLIPROPILENO SELECIONADO PARA INVESTIGAÇÃO.....	53
6.2 PROJETO E FABRICAÇÃO DOS MOLDES .....	55
6.2.1 Moldes para injeção das peças de parede espessa.....	55
6.2.2 Moldes para injeção das peças de parede fina.....	58
6.3 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL PARA MOLDAGEM POR INJEÇÃO.....	60
6.3.1 Planejamento experimental para as peças de parede espessa .....	62
6.3.2 Planejamento experimental para as peças de parede fina .....	64
6.3.3 Metodologia de análise dos resultados das variáveis-resposta.....	65
6.4 SIMULAÇÃO DA MOLDAGEM EM SISTEMA CAE .....	66
6.5 ENSAIOS DE MOLDAGEM DAS PEÇAS DE PAREDES ESPESSAS E FINAS .....	69
6.6 PROCEDIMENTOS DE CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DAS PEÇAS INJETADAS .....	72
6.6.1 Corte e preparação geral das amostras .....	72

6.6.2	Avaliação da densidade das amostras de paredes espessas e finas .....	74
6.6.3	Avaliação das características estruturais das amostras de paredes espessas e finas via microscopia ótica com luz polarizada (MOLP).....	74
6.6.4	Avaliação das características estruturais das amostras de paredes espessas e finas via difração de raios-x de alto ângulo (WAXD) .....	75
6.6.5	Avaliação das propriedades mecânicas de tração das peças de paredes espessas .....	79
6.6.6	Análise termomecânica dinâmica (DTMA) das amostras de paredes espessas e finas .....	79
6.6.7	Avaliação dimensional das peças de paredes espessas .....	79
<b>7</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO SOBRE A MOLDAGEM DE PEÇAS DE PAREDE ESPESSA .....</b>	<b>82</b>
7.1	CONSIDERAÇÕES GERAIS SOBRE O PROCESSO DE MOLDAGEM.....	82
7.2	SIMULAÇÃO DO PROCESSO E DETERMINAÇÃO DOS ÍNDICES TERMOMECÂNICOS .....	85
7.3	ANÁLISE DA ESTRUTURA .....	88
7.3.1	Densidade média da seção transversal.....	88
7.3.2	Resultados da microscopia ótica de luz polarizada (MOLP) .....	92
7.3.3	Resultados dos ensaios de difração de raios-X (WAXD).....	109
7.4	ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	118
7.4.1	Resultados dos ensaios de tração .....	118
7.4.2	Resultados da análise termomecânica dinâmica (DTMA).....	129
7.4.3	Considerações finais sobre a influência do processamento nas propriedades mecânicas.....	135
7.5	AVALIAÇÃO DIMENSIONAL .....	136
7.5.1	Comprimento .....	136
7.5.2	Largura.....	139
7.5.3	Espessura.....	142
7.5.4	Discussão sobre a avaliação dimensional das peças de parede espessa.....	145
7.5.5	Considerações finais sobre a avaliação dimensional das peças de parede espessa .....	148
<b>8</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO SOBRE A MOLDAGEM DE PEÇAS DE PAREDE FINA .....</b>	<b>151</b>
8.1	CONSIDERAÇÕES GERAIS SOBRE A MOLDAGEM .....	151
8.2	SIMULAÇÃO DO PROCESSO E DETERMINAÇÃO DOS ÍNDICES TERMOMECÂNICOS .....	153
8.3	DENSIDADE MÉDIA DA SEÇÃO TRANSVERSAL .....	158
8.4	DISTRIBUIÇÃO ESTRUTURAL.....	162
8.4.1	Resultados da microscopia ótica de luz polarizada (MOLP) .....	162
8.4.2	Resultados dos ensaios de difração de raios-X (WAXD).....	173
8.4.3	Resultados da análise termomecânica dinâmica (DTMA).....	179
8.5	CONSIDERAÇÕES QUANTO À VIABILIDADE DO USO DE MOLDES RRT PARA A MOLDAGEM DE PEÇAS DE PAREDES FINAS .....	184
8.6	CONSIDERAÇÕES FINAIS SOBRE OS ÍNDICES TERMOMECÂNICOS .....	185
<b>9</b>	<b>EPÍLOGO .....</b>	<b>188</b>
9.1	RESUMO DAS RELAÇÕES PROCESSO-ESTRUTURA E PROCESSO-PROPRIEDADES.....	188
9.2	CONCLUSÕES.....	192
9.3	CONTRIBUIÇÃO CIENTÍFICA DO TRABALHO.....	195
9.4	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	196
<b>10</b>	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>198</b>
<b>11</b>	<b>LISTA DE PUBLICAÇÕES .....</b>	<b>208</b>
	<b>ANEXO A - CARACTERIZAÇÃO DE PROPRIEDADES DO POLIPROPILENO INJETADO VIA ENSAIOS DE NANOENDENTAÇÃO E MICRODUREZA .....</b>	<b>209</b>

## LISTA DE FIGURAS

figura 2.1. Micrografia mostrando a estrutura de camadas morfológicas do PP injetado. [Adaptado de PONTES et al. (2002)].	12
figura 2.2. Representação esquemática do fluxo em forma de fonte.	13
figura 2.3. Shish-kebab. À esquerda, uma representação bidimensional, mostrando a orientação cristalográfica bimodal. [Adaptado de FUJIYAMA et al. (1988)]. À direita, uma representação tridimensional. [Adaptado de HOFFMANN E MILLER (1987)].	14
figura 2.4. Micrografia mostrando as subcamadas da pele. Adpatado de KARGER-KOCSIS et al. (1999).	15
figura 2.5. Esquematisação da estrutura de camadas do PP injetado: camada superficial (Ia), camada refinada (Ib), camadas de baixo e alto cisalhamento (Ic/Id), zona de transição/núcleo orientado (II), e núcleo isotrópico (III).	16
figura 2.6. Micrografias mostrando a maior birrefringência do núcleo orientado (Oc) em comparação com o núcleo praticamente isotrópico (c) e a pele orientada na direção do fluxo (s) para 3 condições de recalque. [Adaptado de PONTES et al. (2002)].	17
figura 2.7. Comparação do nível de birrefringência nas micrografias com perfil de orientação molecular obtido por espectroscopia de infravermelho. [Adaptado de STREBEL et al. (2004)].	17
figura 2.8. Micrografia mostrando $\beta$ -esferulitos de birrefringência negativa que caracterizam a zona transcrystalina no limite entre pele e núcleo. [Adaptado de KADOTA et al. (1998)].	18
figura 2.9. Influência do peso molecular e da taxa de cisalhamento na distribuição morfológica. [Adaptado de STERN (2005)].	19
figura 3.1 – Influência da espessura da peça na morfologia do iPP em uma camada a 200 $\mu$ m da superfície. [Adaptado de ZHU e EDWARD (2004)]	25
figura 4.1. Esquematisação do processo de estereolitografia. [Adaptado de GOMIDE (2000)].	30
figura 4.2. Ilustração das etapas do método de fabricação rápida Direct AIM.	31
figura 4.3. Insertos VRE para injeção de tampa frontal de telefone celular. [Adaptado de CHEAH (2002)].	32
figura 4.4. Ilustração das etapas de fabricação de moldes de injeção por vazamento de resina.	33
figura 4.5. Ruptura de features durante a etapa de preenchimento: a) molde com feature do tipo macho com base engastada na cavidade; b) falha por flexão; c) falha por cisalhamento. [Adpatado de RAHMATI E DICKENS (2006)].	36
figura 6.1. Viscosidade versus taxa de cisalhamento para diferentes temperaturas do iPP XM6150K. [Adaptado da base de dados do Moldflow MPI v.6.0].	55
figura 6.2. Modelo da cavidade e sistema de alimentação referente ao corpo de prova de parede espessa. As dimensões reais das cavidades em aço e epóxi são apresentadas na tabela 6.3.	56
figura 6.3. Lados móvel (a) e fixo (b) do porta-molde utilizado no trabalho. Os insertos de aço para injeção de corpo de prova de parede espessa estão montados nos bolsões superiores.	57
figura 6.4. Insertos de epóxi (molde VRE) para injeção de corpo de prova de parede espessa.	57
figura 6.5. Dimensões nominais da cavidade projetada para a injeção de peças de paredes finas em molde de aço.	58
figura 6.6. Sistema de resfriamento do molde de aço para injeção de peças de paredes finas.	59
figura 6.7. Dimensões nominais da cavidade projetada para a injeção de peças de paredes finas em molde de epóxi.	60
figura 6.8. Insertos para injeção de peças de paredes finas: a) inserto de aço; b) inserto de epóxi.	60
figura 6.9. Codificação das combinações experimentais.	63
figura 6.10. Elementos gerados no Moldflow para simulação da injeção das peças de parede espessa no molde VRE.	68
figura 6.11. Preparação das amostras de paredes espessas para os diversos ensaios de caracterização de propriedades.	73
figura 6.12. Preparação das amostras de paredes finas para os ensaios de caracterização.	73
figura 6.13. Esquematisação dos grupos de amostras usadas para ensaios de WAXD.	76
figura 6.14. Estrutura lamelar com orientação bimodal (shish-kebab) e interpretação do padrão bidimensional de WAXD correspondente.	78
figura 6.15. Espectros bidimensionais de difração de raios-X de iPP para núcleo e camada congelada de amostra moldada por injeção.	78

figura 6.16. Dimensões do corpo de prova de tração submetidas a análise. ....	80
figura 7.1. Rebarbas nos moldados em epóxi (parede espessa). ....	82
figura 7.2. Adversidades encontradas na moldagem em insertos de epóxi: dificuldades de extração e rechupes. ....	84
figura 7.3. Comparação visual da transparência de peças injetadas em aço (código 06-12) e epóxi (código 22-10) sob a condição LHHH. ....	84
figura 7.4. Simulação do processo de injeção nas peças de parede espessa moldadas em aço e VRE: localização do elemento da malha triangular submetido a análise no Moldflow. ....	86
figura 7.5. Representação gráfica da leitura de temperatura do termopar da cavidade de epóxi de três ciclos consecutivos sob condição de processo EIII(25). ....	86
figura 7.6. Efeitos individuais dos parâmetros de injeção sobre o índice térmico ( $Y_c$ ) e o índice termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) nas moldagens em epóxi e aço. Os valores apresentados no eixo y dos gráficos representam a média dos índice termomecânicos determinados para as condições em que o fator analisado tem, respectivamente, níveis baixo (-) e alto (+). ....	87
figura 7.7. Comparativo da densidade média da seção transversal de peças de parede espessa. ....	89
figura 7.8. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a densidade média da seção transversal das peças de parede espessa. ....	90
figura 7.9. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a densidade média da seção transversal das peças de parede espessa. ....	91
figura 7.10. Correlação entre a densidade e o índice térmico ( $Y_c$ ) das peças de paredes espessas injetadas em moldes de aço e epóxi. O gráfico considera a amostragem total das condições de processo, sem discernir moldados em aço e epóxi. ....	92
figura 7.11. Correlação entre a densidade e a temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ) das peças de paredes espessas injetadas em moldes de aço e epóxi. O gráfico considera a amostragem total das condições de processo, sem discernir moldados em aço e epóxi. ....	92
figura 7.12. Micrografias da seção DF-DN de peças de paredes espessas injetadas em aço (à esquerda) e epóxi (à direita). Magnificação de 5x. A direção do fluxo é indicada por DF. ....	94
figura 7.13. Comparação da espessura do núcleo de peças injetadas com alta e baixa pressão de recalque em molde de epóxi. Micrografias com magnificação de 5x. A orientação da amostra em relação aos eixos dos polarizadores cruzados (A e P) é indicada abaixo de cada micrografia. ....	95
figura 7.14. Esquema-exemplo da prática de identificação das camadas morfológicas. Distribuição geral da superfície (borda esquerda) até o centro da amostra (borda direita): 1) pele, 2a) zona de transição a, 2b) zona de transição b, 3) núcleo. Magnificação de 5x. A região do quadro (canto inferior esquerdo) é detalhada na figura 7.17. ....	95
figura 7.15. Distribuição estrutural esquemática sobreposta a micrografias (magnificação de 5x.) que mostram a estrutura desde a superfície (borda esquerda) até a metade da espessura (borda direita) de cada amostra de parede espessa injetada em aço. ....	96
figura 7.16. Distribuição estrutural esquemática sobreposta a micrografias (magnificação de 5x.) que mostram a estrutura desde a superfície (borda esquerda) até a metade da espessura (borda direita) de cada amostra de parede espessa injetada em epóxi. ....	97
figura 7.17. Subcamadas da pele para a amostra SLHLL(01), na região do quadro mostrado na figura 7.14: 1a) camada superficial, 1b) camada esférulítica refinada, 1c) camada de cisalhamento. 2a é a região mais externa da zona de transição. Magnificação de 20x. ....	98
figura 7.18. Micrografias da pele das amostras SLLLH(07) e SLLHL(04). Magnificação de 20x. ....	99
figura 7.19. Micrografias da pele das amostras SHHLH(05) e SLHHH(06). Magnificação de 20x. ....	100
figura 7.20. Micrografias da pele das amostras SHHHL(02) e SHLLL(03). Magnificação de 20x. ....	100
figura 7.21. Variações na distribuição de camadas da pele em 3 condições experimentais para a moldagem em epóxi. Magnificação de 20x. ....	101
figura 7.22. Micrografias salientando a diferença de birrefringência e textura da pele das amostras ELHLL(17) e EHHHL(18). Magnificação de 20x. ....	102
figura 7.23. Comparação da espessura da pele de peças de parede espessa injetadas em moldes de aço e epóxi. Os valores são expressos pelo percentual da espessura formado pela pele (razão pele/núcleo x 100). ....	103
figura 7.24. Gráficos de pareto para os efeitos dos fatores sobre a espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede espessa injetadas em aço (à esquerda) e epóxi (à direita). Experimento fatorial fracionado $2^{4-1}$ . ....	104

figura 7.25. Gráficos de pareto para os efeitos dos fatores sobre a espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças espessas injetadas em aço (à esquerda) e epóxi (à direita). Experimento fatorial completo $2^3$ .....	105
figura 7.26. Gráfico do efeito das interações entre fatores sobre a espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede espessa injetadas em epóxi. ....	105
figura 7.27. Gráfico do efeito das interações entre $T_{melt}$ e $T_{mold}$ sobre a espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede espessa injetadas em aço. ....	106
figura 7.28. Correlação entre a razão pele/núcleo $\theta_{s/T}$ e os índices térmico ( $Y_c$ ) e termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) das peças de parede espessa injetadas em molde de aço. ....	107
figura 7.29. Correlação entre a razão pele/núcleo $\theta_{s/T}$ e os índices térmico ( $Y_c$ ) e termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) das peças de parede espessa injetadas em molde VRE.....	107
figura 7.30. Correlação entre a razão pele/núcleo $\theta_{s/T}$ e a taxa de cisalhamento máxima obtida via simulação em CAE ( $\gamma_{max}$ ) das peças de parede espessa. ....	108
figura 7.31. Correlação entre a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e o percentual de espessura solidificada ao final do preenchimento obtido via simulação ( $\theta_{\beta}$ ) para as peças de parede espessa injetadas em molde de aço (à esquerda) e molde VRE (à direita). ....	108
figura 7.32. Média dos índices de orientação $A_{110}$ e $A_{130}$ ( $\Omega$ ) obtidos por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro.....	111
figura 7.33. Correlação entre o índice de orientação $\Omega$ (zona I) e tensão máxima de cisalhamento simulada via CAE ( $\tau_w$ ) das peças de parede espessa. O coeficiente $R^2$ representa o ajuste dos dados ao modelo da correlação das variáveis. ....	112
figura 7.34. Correlação entre o índice termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) e o produto do índice de orientação ( $\Omega$ ) pela razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e das peças de parede espessa. ....	112
figura 7.35. Índice de orientação bimodal $C_a$ obtido por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro. ....	113
figura 7.36. Relações do índice de orientação bimodal $C_a$ da zona I com a temperatura de injeção ( $T_{melt}$ ) nas peças espessas injetadas em aço e epóxi. ....	113
figura 7.37. Relações do índice de orientação bimodal $C_a$ da zona I com o índice térmico ( $Y_c$ ) nas peças espessas injetadas em aço e epóxi. ....	114
figura 7.38. Índice de cristalinidade $\chi$ obtido por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro.....	115
figura 7.39. Relações do índice de cristalinidade $\chi$ da zona I com a diferença entre a temperatura do material (bulk temperature, $T_b$ ) e a temperatura de contato polímero-molde ( $T_i$ ) nas peças espessas injetadas em aço e epóxi. ....	116
figura 7.40. Índice de fase $\beta$ -cristalina $\chi_\beta$ obtido por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro. ....	117
figura 7.41. Correlação do conteúdo de fase $\beta$ ( $\chi_\beta$ ) e tensão máxima de cisalhamento ( $\tau_w$ ) simulada para a injeção das amostras em aço e epóxi.....	117
figura 7.42. Comparação do módulo de elasticidade, tensão máxima no escoamento e alongamento no escoamento entre peças de paredes espessas injetadas em moldes de aço e VRE. As barras de erro representam a dispersão total dos dados.....	120
figura 7.43. Correlações do módulo de elasticidade ( $E$ ) com o índice térmico ( $Y_c$ ), com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) e com a temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ) para as peças de paredes espessas injetadas em aço e epóxi e ensaiadas com extensômetro. ....	121
figura 7.44. Correlações da densidade com tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ) e alongamento no escoamento ( $\epsilon_y$ ) das amostras ensaiadas com extensômetro (tabela 7.9). O coeficiente $R^2$ representa o ajuste dos dados ao modelo de regressão. ....	122
figura 7.45. Correlação da tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ) com a temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) para as amostras ensaiadas com extensômetro (tabela 7.9). O coeficiente $R^2$ representa o ajuste dos dados ao modelo de regressão.....	123
figura 7.46. Correlações da razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) com tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ) e alongamento no escoamento ( $\epsilon_y$ ) das amostras ensaiadas com extensômetro (tabela 7.9). O coeficiente $R^2$ representa o ajuste dos dados ao modelo de regressão. O ponto correspondente a amostra SHHHL(02) é assinalado para auxiliar a interpretação. ....	123
figura 7.47. Micrografias comparando a pele das amostras SLHHH(06), ELHLL(17) e ELHHH(22). Magnificação de 50x.....	126
figura 7.48. Micrografias comparando o núcleo das amostras SLHHH(06), ELHLL(17) e ELHHH(22). Magnificação de 50x.....	127

figura 7.49. Correlação entre densidade e alongamento na ruptura ( $\varepsilon_b$ ) das amostras ensaiadas sem extensômetro (tabela 7.10). O coeficiente $R^2$ representa o ajuste dos dados ao modelo de regressão. ....	128
figura 7.50. Correlação entre os índices termomecânicos e o alongamento na ruptura ( $\varepsilon_b$ ) das amostras ensaiadas sem extensômetro (tabela 7.10). ....	129
figura 7.51. Fator de perda ( $\tan\delta$ ) obtido por análise dinâmica de flexão em dois pontos para as amostras SLLHL (04) e EHLH(21), com espessura integral e com remoção de 350 $\mu\text{m}$ da superfície (plano DF-DT) em ambos os lados.....	131
figura 7.52. Detalhamento do fator de perda ( $\tan\delta$ ) na faixa correspondente à transição $\beta$ para as amostras de paredes espessas sem remoção da superfície. ....	131
figura 7.53. Correlações da temperatura da magnitude da transição $\alpha$ ( $M_\alpha$ ) com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) nas amostras de paredes espessas com espessura integral. ....	132
figura 7.54. Correlações da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) nas amostras de paredes espessas com espessura integral. ....	133
figura 7.55. Módulo de armazenamento ( $E'$ ) obtido por análise dinâmica de flexão em dois pontos para as amostras de parede espessa com espessura integral. O quadro detalha a região onde o módulo de armazenamento da amostra EHLH(21) ultrapassa os demais.....	135
figura 7.56. Comparativo da contração do comprimento das peças de parede espessa. As barras de erro representam um desvio padrão em torno da média das 10 observações.....	138
figura 7.57. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre o comprimento (L1) das peças de parede espessa. ....	139
figura 7.58. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre o comprimento (L1) das peças de parede espessa. ....	139
figura 7.59. Comparativo da contração na largura da seção próxima à entrada (W1) das peças de parede espessa. ....	140
figura 7.60. Comparativo da contração na largura da seção central (W2) das peças de parede espessa.....	140
figura 7.61. Comparativo da contração na largura da seção oposta à entrada (W3) das peças de parede espessa. ....	140
figura 7.62. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a largura (W2) das peças de parede espessa. ....	141
figura 7.63. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a largura (W2) das peças de parede espessa. ....	142
figura 7.64. Comparativo da contração na espessura (T1) das peças de parede espessa. ....	142
figura 7.65. Comparativo da contração na espessura (T3) das peças de parede espessa. ....	143
figura 7.66. Comparativo da contração na espessura da zona central (T2) das peças de parede espessa.....	143
figura 7.67. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a espessura (T2) das peças de parede espessa. ....	144
figura 7.68. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a espessura (T2) das peças de parede espessa. ....	144
figura 8.1. Falhas de preenchimento nas peças de paredes finas injetadas em epóxi. Da esquerda para direita: ELHL(17), EHLL(21), EHHH(25), ELLH(29), EHLH(30) e EIII(C2). ....	152
figura 8.2. Extração de peça de parede fina em molde de aço. Retenção no molde pela rebarba no sistema de alimentação. ....	152
figura 8.3. Simulação do processo de injeção nas peças de parede fina moldadas em aço e VRE: localização do elemento da malha triangular submetido a análise no Moldflow.....	154
figura 8.4. Simulação do preenchimento das peças de paredes finas injetadas em epóxi.....	155
figura 8.5. Relação entre o índice térmico $Y_c$ das peças de paredes finas e espessas injetadas em aço e epóxi sob condições experimentais com mesmos níveis de $T_{melt}$ , $V_{fill}$ e $T_{mold}$ . ....	156
figura 8.6. Correlação entre o índice termomecânico $\tau_{ys}$ das peças de paredes finas e espessas injetadas em aço e epóxi sob condições experimentais com mesmos níveis de $T_{melt}$ , $V_{fill}$ e $T_{mold}$ . ....	157
figura 8.7. Correlação entre a tensão de cisalhamento máxima (índice termomecânico $\tau_w$ ) das peças de paredes finas e espessas injetadas em aço e epóxi sob condições experimentais com mesmos níveis de $T_{melt}$ , $V_{fill}$ e $T_{mold}$ . ....	157
figura 8.8. Comparativo da densidade média da seção transversal das peças de parede fina. ....	158
figura 8.9. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a densidade média da seção transversal das peças de parede fina.....	160

figura 8.10. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a densidade média da seção transversal das peças de parede fina.....	160
figura 8.11. Correlação entre densidade e índice térmico ( $Y_c$ ): comparação entre peças de paredes finas injetadas em aço e epóxi.....	161
figura 8.12. Correlação entre densidade e temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ): comparação entre peças de paredes finas injetadas em aço e epóxi.....	161
figura 8.13. Correlação entre densidade e temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ): comparação entre peças de paredes finas e espessas.....	162
figura 8.14. Distribuição estrutural esquemática sobreposta a micrografias (magnificação de 25x.) que mostram a estrutura desde a superfície (borda esquerda) até a metade da espessura (borda direita) de cada amostra de parede fina injetada em aço. Todas as micrografias foram tomadas no centro da amostra microtomada.....	164
figura 8.15. Distribuição estrutural esquemática sobreposta a micrografias (magnificação de 25x.) que mostram a estrutura desde a superfície (borda esquerda) até a metade da espessura (borda direita) de cada amostra de parede fina injetada em epóxi. Todas as micrografias foram tomadas no centro da amostra microtomada, à exceção de EHHL(21), tomada da ponta mais próxima à entrada da cavidade. ....	165
figura 8.16. Micrografias da pele das amostras injetadas sob condições HLH (14 e 30) e LLH (13 e 29). Magnificação de 50x.....	166
figura 8.17. Micrografias da pele das amostras injetadas sob condições HLL (05 e 21). Magnificação de 50x.....	166
figura 8.18. Micrografias da pele das amostras injetadas sob condições HHH (09 e 25) e ELHL (01 e 17). Magnificação de 50x.....	167
figura 8.19. Micrografias das amostras SIII(C1) e EIII(C2). Magnificação de 50x.....	168
figura 8.20. Comparação da razão pele/núcleo de peças de parede fina injetadas em moldes de aço e epóxi. Os valores são expressos pelo percentual da espessura formado pela pele (razão pele/núcleo x 100).....	169
figura 8.21. Gráficos de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi. Experimento fatorial fracionado $2^{3-1}$ .....	170
figura 8.22. Correlação entre a razão pele/núcleo $\theta_{s/T}$ e os índices térmico ( $Y_c$ ) e termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) das peças de parede fina injetadas em molde de aço. ....	171
figura 8.23. Correlação entre a razão pele/núcleo $\theta_{s/T}$ e os índices térmico ( $Y_c$ ) e termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) das peças de parede fina injetadas em molde VRE. ....	171
figura 8.24. Correlação entre a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e o percentual de espessura solidificada ao final do preenchimento obtido via simulação ( $\theta_{\eta}$ ) para as peças de parede fina injetadas em moldes de aço e molde VRE.....	172
figura 8.25. Correlação entre a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e a densidade das peças de parede fina injetadas em moldes de aço e VRE. ....	172
figura 8.26. Comparação da espessura absoluta da pele ( $\theta_s$ ) entre peças de parede fina e espessa.....	173
figura 8.27. Índices de orientação $\Omega$ obtidos por WAXD para a zona I das amostras de paredes finas injetadas em moldes de aço e epóxi.....	174
figura 8.28. Correlação entre o índice térmico ( $Y_c$ ) e o índice de orientação $\Omega$ da zona I das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi.....	175
figura 8.29. Correlação entre o índice de orientação $\Omega$ e o índice termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi.....	175
figura 8.30. Índice de orientação bimodal $C_a$ obtido por WAXD para a zona I das amostras de paredes finas injetadas em moldes de aço e epóxi.....	176
figura 8.31. Relações do índice de orientação bimodal $C_a$ da zona I com a temperatura de injeção ( $T_{melt}$ ). O coeficiente $R^2$ representa o ajuste dos dados ao modelo da correlação das variáveis.....	177
figura 8.32. Correlação entre o índice térmico ( $Y_c$ ) e o índice de orientação bimodal $C_a$ da zona I das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi.....	177
figura 8.33. Correlação entre o índice termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) e o índice de orientação bimodal $C_a$ das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi.....	177
figura 8.34. Índice de cristalinidade $\chi$ obtido por WAXD para as zonas I e II das peças de paredes finas injetadas em aço e epóxi.....	178
figura 8.35. Índice de fase $\beta$ -cristalina $\chi_{\beta}$ obtido por WAXD para as zonas I das peças de paredes finas injetadas em aço e epóxi.....	179



figura 8.36. Correlação do conteúdo de fase $\beta$ e tensão máxima de cisalhamento simulada para a injeção das amostras em aço e epóxi. ....	179
figura 8.37. Fator de perda ( $\tan\delta$ ) obtido por análise dinâmica de flexão em dois pontos para quatro amostras de paredes finas com espessura integral.....	181
figura 8.38. Detalhamento do fator de perda ( $\tan\delta$ ) na faixa correspondente à transição $\beta$ para as amostras de paredes finas. ....	181
figura 8.39. Correlações da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) para amostragem total das peças de paredes finas.....	182
figura 8.40. Correlações da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{ys}$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) das peças finas injetadas em aço ( $\diamond$ ) e epóxi ( $\blacksquare$ ).....	182
figura 8.41. Correlações da magnitude da transição $\beta$ ( $M_\beta$ ) com a densidade das peças finas injetadas em moldes de aço ( $\diamond$ ) e epóxi ( $\blacksquare$ ). ....	183
figura 8.42. Módulo de armazenamento ( $E'$ ) obtido por análise dinâmica de flexão em dois pontos para as amostras de paredes finas (espessura integral).....	184

## LISTA DE TABELAS

tabela 4.1. Processos de prototipagem rápida. [Adaptado de RIBEIRO JR (1999)].	28
tabela 4.2. Classificação dos tipos de falha em insertos de estereolitografia [Adaptado de RIBEIRO JR. (2003)].	35
tabela 4.3. Comparação de propriedades mecânicas entre peças injetadas em moldes metálicos e RRT.	39
tabela 6.1. Propriedades do polipropileno isotático XM6150K (folha de dados do fornecedor).	54
tabela 6.2. Propriedades do iPP XM6150K constantes da base de dados do Moldflow.	54
tabela 6.3. Dimensões das cavidades dos moldes de aço e epóxi para peças de paredes espessas.	56
tabela 6.4. Propriedades dos materiais dos moldes.	57
tabela 6.5. Níveis e fatores do planejamento fatorial para moldagem das peças espessas.	63
tabela 6.6. Condições experimentais (tratamentos) para moldagem das peças de parede espessa.	64
tabela 6.7. Níveis e fatores do planejamento fatorial para moldagem das peças de paredes finas.	65
tabela 6.8. Condições experimentais (tratamentos) para moldagem das peças de parede fina.	65
tabela 6.9. Parâmetros recomendados pelo Moldflow para o processamento do iPP XM6150K.	69
tabela 6.10. Coeficientes de transferência de calor usados como entrada no Moldflow.	69
tabela 6.11. Parâmetros de injeção para simulação dos ensaios de moldagem no Moldflow.	69
tabela 6.12. Parâmetros empregados nos ensaios de WAXD.	76
tabela 7.1. Tempos de ciclo na moldagem de peças de parede espessa.	83
tabela 7.2. Resultados da simulação do processo de injeção e índices termomecânicos determinados para as 18 condições experimentais: $T_b$ : temperatura “bulk”; $T_i$ : temperatura na interface polímero-molde; $T_s$ : temperatura média da pele; $\theta_{\beta}$ : percentual da espessura da peça solidificado; $\tau_w$ : tensão de cisalhamento máxima; $\gamma_{max}$ : taxa de cisalhamento máxima; $Y_c$ : índice térmico; $\tau_{Y_s}$ : índice termomecânico da pele.	85
tabela 7.3. Densidade média da seção transversal ( $\rho_{yz}$ ) e grau de cristalinidade aparente ( $\chi_p$ ) das peças de paredes espessas.	88
tabela 7.4. ANAVA para a densidade: moldagem em aço à esquerda e em epóxi à direita. Os efeitos com significado estatístico (95 % de confiança) são salientados em negrito.	90
tabela 7.5. Espessura da pele ( $\theta_s$ ) e razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) das amostras de parede espessa.	103
tabela 7.6. Tabela de ANAVA para espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede espessa injetadas em aço. Em negrito, os efeitos significativos em um nível de confiança de 95%.	107
tabela 7.7. Parâmetros de caracterização estrutural obtidos por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas injetadas em moldes de aço e VRE: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro. $\chi$ : índice de cristalinidade; $\chi_{\beta}$ : percentual de fase $\beta$ ; $A_{110}$ e $A_{130}$ : índices de orientação; $\Omega$ : média de $A_{110}$ e $A_{130}$ ; $C\alpha$ : índice de orientação bimodal; Parâmetros operacionais do ensaio constam da tabela 6.12, grupo A1.	109
tabela 7.8. Médias dos índices de cristalinidade ( $\chi$ ) das peças de paredes espessas injetadas em aço e epóxi.	114
tabela 7.9. Resultados dos ensaios de tração das peças injetadas em moldes de aço e VRE. Ensaios realizados com extensômetro (alongamento máximo de 50%), para avaliação do módulo de elasticidade ( $E$ ), tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ), e alongamento no escoamento ( $\varepsilon_y$ ). A razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ), a densidade média da seção transversal ( $\rho_{yz}$ ) e os índices termomecânicos $Y_c$ e $\tau_{Y_s}$ são informados para auxiliar a interpretação.	119
tabela 7.10. Resultados dos ensaios de tração das peças injetadas em moldes de aço e VRE. Ensaios realizados sem extensômetro, para avaliação do alongamento na ruptura $\varepsilon_b$ . Os índices termomecânicos $Y_c$ e $\tau_{Y_s}$ , o índice de orientação $\Omega$ da zona I, e os índices de cristalinidade $\chi$ das	

zonas I e III são informados para auxiliar a interpretação.*Devido a erro experimental, os valores de $E$ , $\varepsilon_y$ e $\varepsilon_b$ não podem ser comparados aos da tabela 7.9. ....	124
tabela 7.11. Amostras de parede espessa selecionadas para ensaios de DTMA. $\theta_s$ : espessura da pele; $\theta_{s/T}$ : razão pele/núcleo; $\rho_{yz}$ : densidade média da seção transversal obtida na coluna de gradiente; $\sigma_y$ : tensão máxima no escoamento determinada pelos ensaios de tração; índices obtidos por WAXD: índice de cristalinidade $\chi$ ; índice de orientação molecular: $\Omega$ .....	129
tabela 7.12. Resultados dos ensaios de DTMA das peças de parede espessa. ....	130
tabela 7.13. Resumo da comparação das propriedades mecânicas entre peças injetadas em aço e epóxi. $E$ : módulo de elasticidade; $\sigma_y$ : tensão no escoamento; $\varepsilon_y$ : alongamento na tensão máxima escoamento. Os resultados expressam, em percentuais, o valor da propriedade obtidas nas peças injetadas em epóxi sobre o correspondente na peça injetada em aço, sob memas condições experimentais correspondente. ....	136
tabela 7.14. Comprimento L1 das peças injetadas em ambos os moldes (medido após 30 dias). Valores médio, máximos, mínimos, diferença entre máximo e mínimo ( $\Delta L1$ ) e desvio padrão ( $\sigma$ ). ....	137
tabela 7.15. ANAVA para o comprimento (L1). Em negrito, os efeitos com significado estatístico para um nível de confiança de 95 %. ....	138
tabela 7.16. ANAVA para a largura (W2). Em negrito, os efeitos com significado estatístico para um nível de confiança de 95 %. ....	141
tabela 7.17. ANAVA para a espessura (T2): moldagem em aço à esquerda e em epóxi à direita. ....	144
tabela 7.18. Efeitos dos fatores sobre as dimensões absolutas das peças de parede espessa: percentual de variação em torno da média das observações. Os efeitos estatisticamente significativos (com 95% de confiança) são salientados em negrito. ....	146
tabela 8.1. Espessura das peças de paredes finas medida a 10 mm da entrada da cavidade. ....	153
tabela 8.2. Resultados da simulação do processo de injeção e índices termomecânicos determinados para as 18 condições experimentais: $T_b$ : temperatura “bulk”; $T_i$ : temperatura na interface polímero-molde; $T_s$ : temperatura média da pele; $v_f$ : velocidade da frente de fluxo na linha média da espessura; $\theta_{fi}$ : percentual da espessura da peça solidificado; $\tau_w$ : tensão de cisalhamento máxima; $\gamma_{max}$ : taxa de cisalhamento máxima; $Y_c$ : índice térmico; $\tau_{ys}$ : índice termomecânico da pele. ....	154
tabela 8.3. Densidade média da seção transversal ( $\rho_{yz}$ ) e grau de cristalinidade aparente ( $\chi_p$ ) das peças de paredes finas.....	158
tabela 8.4. ANAVA para a densidade: moldagem em aço à esquerda e em epóxi à direita.....	159
tabela 8.5. Espessura média da pele ( $\theta_s$ ), razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e espessura total ( $\theta_T$ ) das amostras de parede fina. $\theta_{s(a)}$ , $(b)$ e $(c)$ são as medidas da espessura da pele em três pontos ao longo da direção do fluxo. ....	168
tabela 8.6. Tabela de ANAVA para espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede fina injetadas em aço (à esquerda) e epóxi (à direita).....	170
tabela 8.7. Parâmetros de caracterização estrutural obtidos por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes finas injetadas em moldes de aço e VRE: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro. $\chi$ : índice de cristalinidade; $\chi_\beta$ : percentual de fase $\beta$ ; $A_{110}$ e $A_{130}$ : índices de orientação; $\Omega$ : média $A_{110}$ e $A_{130}$ ; $C\alpha$ : índice de orientação bimodal;. Parâmetros operacionais do ensaio constam da tabela 6.12, grupo B.....	174
tabela 8.8. Amostras de paredes finas selecionadas para os ensaios de DTMA. $Y_c$ : índice térmico; $\tau_{ys}$ : índice termomecânico da pele; $\rho_{yz}$ : densidade média obtida na coluna de gradiente; $\theta_s$ : espessura da pele; $\theta_{s/T}$ : razão pele/núcleo; índices obtidos por WAXD: índice de cristalinidade $\chi$ ; índice de orientação $\Omega$ , índice de orientação bimodal $C\alpha$ . ....	180
tabela 8.9. Resultados dos ensaios de DTMA das peças de parede fina. ....	180
tabela 9.1. Resumo das influências dos parâmetros de injeção sobre as características das peças injetadas em aço e epóxi. O nível de influência do parâmetro sobre a característica é indicado pelo número de setas, sentido da influência é indicado pela direção da seta ( $\uparrow$ : diretamente proporcional, $\downarrow$ : inversamente proporcional, $\Leftrightarrow$ : indefinido ou não influente) o significado	

estatístico é indicado pela cor da seta (▼: significativo; ⚡: não significativo). N.A: não avaliado. .... 189

tabela 9.2. *Resumo das relações entre os índices termomecânicos e as propriedades mecânicas e resultados de DTMA das peças espessas injetadas em aço e epóxi. A direção das setas indica o sentido da relação entre índice e propriedade (↗: diretamente proporcional; ↘ inversamente proporcional; ↔: indefinido) e o número de setas indica o nível de variação da propriedade em função do índice.*..... 191

## SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

$\alpha$	Difusividade térmica
$\gamma$	Taxa de cisalhamento
$\gamma_{\max}$	Taxa de cisalhamento máxima na seção transversal durante o preenchimento (resultado de simulação do preenchimento no moldflow)
$\Delta L1$	Diferença entre as medidas L1 da cavidade e L1 da peça injetada
$\varepsilon_b$	Tensão máxima na ruptura (resultado de ensaio de tração)
$\varepsilon_y$	Alongamento à tensão máxima no escoamento (resultado de ensaio de tração)
$\theta_{fl}$	Percentual da espessura da peça solidificado ao final do preenchimento
$\theta_s$	Espessura absoluta da pele
$\theta_{s/T}$	Razão pele/núcleo ou percentual da espessura da amostra correspondente à soma à pele
$\theta_T$	Espessura total da amostra
$\nu$	Coefficiente de Poisson
$\rho$	Densidade
$\rho_a$	Densidade da fase amorfa
$\rho_c$	Densidade da fase cristalina
$\rho_{yz}$	Densidade média da seção transversal obtida em coluna de gradiente
$\sigma_y$	Tensão máxima no escoamento (resultado de ensaio de tração)
$\tau_w$	Tensão de cisalhamento máxima na interface entre o material fluido e o sólido durante o preenchimento (resultado de simulação do preenchimento no moldflow)
$\tau_{Ys}$	Índice termomecânico da pele
$\chi$ ou $\chi_c$	Índice de cristalinidade (resultado de ensaio de WAXD)
$\chi_\beta$	Índice de cristalinidade $\beta$ ou conteúdo de fase $\beta$ (resultado de ensaio de WAXD)
$\chi_\rho$	Cristalinidade aparente calculada com base nos resultados de densidade
$\Omega$	Média dos índices de orientação molecular $A_{110}$ e $A_{130}$ (resultado de ensaio de WAXD)
3DP	Impressão tridimensional
$A_{110}$	Índice de orientação molecular (resultado de ensaio de WAXD)
$A_{130}$	Índice de orientação molecular (resultado de ensaio de WAXD)
$A_c$	Somatório das áreas dos picos referentes às difrações dos planos cristalinos nos difratogramas de WAXD
$A_c$	Área de contato (referente à impressão residual da endentação)
$A_h$	Área do halo amorfo nos difratogramas de WAXD
ABS	Acrilonitrilo-butadieno-estireno
AFM	<i>Atomic force microscopy</i> ou microscopia de força atômica
aPS	Poliestireno atático
b	Efusividade térmica
$C_\alpha$	Índice de orientação bimodal (resultado de ensaio de WAXD)

$C_p$	Calor específico
D	Deformação da haste do microscópio de força atômica
dp	Diferença de potencial (referente ao microscópio de força atômica)
DF	Direção do fluxo do material na cavidade
DMLS	Sinterização a Laser Direta de Metal
DN	Direção normal ao plano formado pelo comprimento e largura da peça injetada
DT	Direção transversal ao fluxo do material na cavidade
DTMA	<i>Dynamic thermomechanic analysis</i> ou análise termomecânica dinâmica
E	Módulo de elasticidade (resultado de ensaio de tração)
E'	Módulo de armazenamento (resultado de análise de DTMA)
E''	Módulo de perda ou de dissipação viscosa (resultado de análise de DTMA)
F	Carga aplicada
FDM	<i>Fusion Deposition Modelling</i> ou modelagem por fusão e deposição de materiais
FEA	<i>Finite Elements Analysis</i> ou análise por elementos finitos
FWHM	<i>Full width at half maximum</i> ou largura total à meia-altura
h	Profundidade de penetração
$h_{p-m}$	Coeficiente de transferência de calor entre molde e polímero
HSM	<i>High speed machining</i> ou usinagem com altíssimas velocidades de corte
iPP	Polipropileno isotático
$K_m$	Constante de mola
K	Condutividade térmica
L1	Comprimento das peças de paredes espessas
LENS	<i>Laser engineered net shaping</i>
LOM	Manufatura Laminar de Objetos
max. $\gamma$	Máxima taxa de cisalhamento admissível
max. $\tau_w$	Máxima tensão de cisalhamento admissível
MH	<i>Microhardness</i> ou microdureza
MOLP	Microscopia ótica de luz polarizada
$M_\alpha$	Magnitude da transição $\alpha$ (resultado de DTMA)
$M_\beta$	Magnitude da transição $\beta$ (resultado de DTMA)
NH	<i>Nanohardness</i> ou nanodureza
PA	Poliamida
PA 6/6	Poliamida 6/6
PBT	Politereftalato de butileno
PC	Policarbonato
PC FV	Policarbonato reforçado por fibras-de-vidro
PEAD	Poliétileno de alta densidade
PEEK	Poliéter-éter-cetona
PEI	Poliéter-imida

$P_{\text{hold}}$	Pressão de recalque, como fator do planejamento experimental
PLT	<i>Paper Lamination Technology</i>
PMMA	Polimetilmetacrilato
POM	Polióximetileno ou poliacetal
PP	Polipropileno
PSAI	Poliestireno de alto impacto
R	Raio de curvatura da ponta da agulha endentadora do microscópio de força atômica
RP	<i>Rapid Prototyping</i> ou prototipagem rápida
RRT	<i>Resin Rapid Tooling</i> ou moldes de fabricação rápida em resina
RT	<i>Rapid Tooling</i> ou fabricação rápida de ferramental
RTV	<i>Room Temperature Vulcanizing</i> (referente a moldes de silicone)
$S_x$	contração (em uma determinada dimensão x)
$S_{\parallel}$	contração paralela ao fluxo
$S_{\perp}$	contração transversal ao fluxo
SCORIM	<i>Shear-controlled orientation injection molding</i>
SEM	<i>Scanning electronic microscopy</i> ou microscopia eletrônica de varredura
SGC	Cura Sólida por Máscara
SL	Estereolitografia
SLS	Sinterização Seletiva a Laser
sPS	Poliestireno sindiotático
T	Temperatura (genérica)
T1	Espessura das peças de paredes espessas na seção próxima à entrada
T2	Espessura das peças de paredes espessas na seção central
T3	Espessura das peças de paredes espessas na seção oposta à entrada
$\tan\delta$	Fator de perda (resultado de análise de DTMA)
$T_b$	<i>Bulk temperature</i> ou temperatura média da seção transversal ponderada pela velocidade de escoamento em cada lâmina (resultado de simulação do preenchimento no moldflow)
$T_c$	Temperatura de cristalização
$T_{\text{eject}}$	Temperatura de extração
TEM	<i>Transmission electronic microscopy</i> ou microscopia eletrônica de transmissão
$t_{\text{fill}}$	Tempo de preenchimento, como fator do planejamento experimental
$T_g$	Temperatura de transição vítrea
$T_{\text{max}}$	Máxima temperatura admissível
$T_{\text{melt}}$	Temperatura de injeção, como fator do planejamento experimental
$T_{\text{mold}}$	Temperatura do molde, como fator do planejamento experimental
TSF	Fabricação Topográfica de Cascas
TWIM	<i>Thin-wall injection moulding</i> ou moldagem por injeção de peças de paredes finas

$T_{\alpha}$	Temperatura no pico de $\tan\delta$ na região da transição $\alpha$ (resultado de DTMA)
$V_f$	Velocidade da frente de fluxo (resultado de simulação do preenchimento no moldflow)
$V_{fill}$	Velocidade de injeção, como fator do planejamento experimental
VRE	Vazamento de resina epoxídica
W1	Largura das peças de paredes espessas na seção próxima à entrada
W2	Largura das peças de paredes espessas na seção central
W3	Largura das peças de paredes espessas na seção oposta à entrada
WAXD	<i>Wide-angle X-rays diffraction</i> ou difração de raios-X de alto ângulo
$Y_c$	Índice térmico
$Y_s$	Índice térmico da pele



## RESUMO

A necessidade de protótipos com as mesmas propriedades do produto final, fez com que as técnicas de prototipagem rápida evoluíssem para métodos de fabricação rápida de ferramentas. Nesse contexto, tem se difundido o emprego de moldes de resina na moldagem de termoplásticos por injeção, em virtude do baixo custo, breve tempo de fabricação e razoável precisão dimensional. Entretanto, em comparação aos metais, as resinas apresentam baixas resistência mecânica, estabilidade térmica e condutividade térmica, resultando em menor durabilidade da ferramenta e em moldados com propriedades diferentes dos obtidos em moldes de produção convencional. A revisão do estado da arte da moldagem por injeção em moldes de fabricação rápida em resina revelou que a literatura se aprofunda pouco na investigação das influências dos parâmetros de injeção na estrutura e nas propriedades da peça e fornecem apenas recomendações genéricas, mais focadas na preservação física da ferramenta. Assim, o objetivo geral do trabalho é ampliar o conhecimento do processo de injeção em moldes de fabricação rápida em resina, concentrando-se sobre as influências das variáveis de controle do processo nas propriedades da peça moldada. Comparativamente ao processamento em moldes de aço, investigou-se a influência da temperatura do molde, temperatura de injeção, pressão de recalque e velocidade de injeção nas propriedades de peças de polipropileno isotático injetadas em moldes fabricados por vazamento de resina epoxídica. Peças com paredes espessas e finas foram moldadas segundo um planejamento fatorial fracionado, para que as combinações de parâmetros de injeção cobrissem uma ampla janela de processamento. As técnicas de caracterização incluíram microscopia ótica com luz polarizada, difração de raios-x, coluna de gradiente de densidade, análise termomecânica dinâmica e ensaio de tração, além da análise dimensional para investigação da contração. Os resultados mostram que a estrutura das peças injetadas em epóxi é significativamente afetada pela variação dos parâmetros operacionais. A menor espessura da pele nas peças injetadas em epóxi facilita o preenchimento das cavidades de paredes finas. O módulo, a tensão máxima e a contração das peças injetadas em epóxi são semelhantes às dos moldados em aço, mas o alongamento na ruptura é muito menor quando as regulagens de temperatura do material e do molde não são adequadamente corrigidas. Portanto, embora os parâmetros de injeção afetem as propriedades das peças segundo as mesmas tendências gerais do processamento em aço, a moldagem em epóxi requer uma regulação apropriada e específica para que as propriedades do protótipo moldado sejam adequadas às especificações comerciais.

## ABSTRACT

Rapid tooling methods for injection moulding process emerged from rapid prototyping techniques to supply the growing demand for faster product development not only in conception and detailing phases but also in manufacturing of prototypes and pre-series of parts with properties as similar as possible to end parts. In this context, it has spread out the use of resin casting moulds for thermoplastic injection moulding, due to its low cost, briefing manufacture time and reasonable dimensional accuracy. However, in comparison to metals, the resins present low values of mechanical strength, thermal stability and thermal conductivity, resulting in lower durability of the tool and in different properties of mouldings. The state of the art review of the injection molding in resin rapid tools showed little information on the process-structure-properties relations. It has found only generic recommendations, more focused on the physical preservation of the tool than on morphological and microstructural alteration. Little information has also found on thin-walled parts processing in resin rapid tools, despite the remarkable growing commercial interesting on this kind of product. Therefore, the general objective of this work is to extend the knowledge of the injection moulding in resin rapid tools, studying the influences of the processing variables on part structure and properties. Comparatively to the processing in steel molds, it was investigated the influences of mold temperature, melt temperature, holding pressure and filling rate on the properties of isotactic polypropylene parts injected in epoxy cast moulds. Thick and thin walled parts were moulded according to a fractional factorial design, so that the combinations of injection parameters covered a wide range of process settings. The characterization techniques included polarized light microscopy, wide-angle x-rays diffraction, density gradient column, dynamic thermomechanical analysis and tensile test. Further, cavity and part dimensions were measured to assess shrinkage. The results showed that the structure of the parts injected in epoxy tools is significantly affected by operational parameters variation. The thinner skin layer observed in the thin-walled parts injected in the epoxy mould facilitates cavity filling. Elastic modulus, yield strength and shrinkage of the parts injected in epoxy are very similar to the observed for parts moulded in steel. However, the strain at break is very low when mould and melt temperatures are not adequately adjusted for processing in the epoxy tool. Therefore, even so the injection parameters affect the properties of the parts according to same general trends of the processing in steel, the moulding in epoxy tooling requires an appropriate and specific set of parameters in order to provide prototypes with suitable properties for commercial requirements.

# *Capítulo 1*

## *Introdução*

## 1 INTRODUÇÃO

A necessidade de redução do tempo de desenvolvimento de produtos não apenas nas fases de concepção e detalhamento, mas também na produção de pré-séries, assim como o desejo por protótipos com propriedades semelhantes às do produto final, fez com que as técnicas de prototipagem rápida (RP) evoluíssem para métodos de fabricação rápida de ferramentas de conformação e moldagem. Essa tecnologia conhecida como *rapid tooling* (RT) possibilita a obtenção de protótipos com material idêntico ao do produto final e através do mesmo processo de fabricação. Além disso, o ferramental RT pode ser entendido como um protótipo funcional do próprio molde ou matriz, oportunizando ao projetista avaliações complementares à simulação computacional, antes da fabricação da ferramenta de produção.

Uma vez adotada a moldagem por injeção como processo de produção, a escolha da técnica de prototipagem e das variáveis de projeto e fabricação dos moldes decorre da avaliação conjunta dos requisitos quanto à durabilidade, à produtividade e às propriedades especificadas para a peça. Moldes de injeção com cavidades contidas em insertos de material não-metálico, produzidos diretamente por técnicas de RP como Estereolitografia (SL) e Modelagem por Fusão e Deposição (FDM), ou por usinagem de altíssima velocidade de corte, aliam razoável precisão dimensional a custos relativamente baixos, se comparados a insertos metálicos. E, mesmo que passos intermediários adicionem custos e/ou tempo ao seu processo de fabricação, a mesma análise pode ser aplicada aos insertos de resina obtidos por processos indiretos de RT. Nesta categoria, destacam-se os moldes produzidos por vazamento de resinas termofixas sobre modelos construídos por técnicas de RP.

Por outro lado, os moldes de fabricação rápida em resina (*resin rapid tooling* ou RRT) apresentam resistência mecânica e condutividade térmica muito inferiores às dos moldes convencionais, usinados em aço, ou dos moldes RT metálicos. Além disso, a temperatura de amolecimento do material do molde costuma ser inferior à temperatura de processamento do plástico injetado. Tal conjunto de características resulta em naturais desvantagens, como a baixa produtividade decorrente dos ciclos de injeção com duração de alguns minutos e uma reduzida durabilidade, tipicamente entre 50 e 500 ciclos. Além disso, em relação à sua aplicação na injeção de pré-séries ou de certos tipos de protótipos funcionais, costuma-se alegar que as propriedades térmicas dos moldes não metálicos limitam sobremaneira a obtenção de moldados com propriedades similares às dos injetados em ferramentas metálicas. Entretanto, o atual corpo de conhecimento na área dos moldes RRT concentra-se na seleção dos materiais construtivos e nas técnicas de projeto e fabricação dos insertos, com maior preocupação com a vida-útil do

molde e com a quantidade de peças produzidas do que com as propriedades do produto moldado. Assim, ainda é necessário maior aprofundamento no estudo das relações entre o processamento e a microestrutura das peças injetadas nos moldes RRT e, conseqüentemente, na comparação da “qualidade da peça” injetada nesse tipo de ferramenta com as peças produzidas convencionalmente.

A expressão “qualidade da peça” pode ser entendida como o atendimento aos vários “requisitos de projeto” de um determinado produto ou protótipo injetado. Portanto, como o nível de qualidade a ser atingido depende das funções desejadas para o moldado, para cada processo de desenvolvimento de produto as propriedades e características prioritárias serão diferentes. Com o crescente emprego de componentes plásticos em módulos e sistemas e da substituição de outros materiais por termoplásticos na indústria automotiva, as tolerâncias dimensionais e propriedades mecânicas têm sido o principal objeto de estudo dos pesquisadores do processo de injeção.

Da mesma forma, o anseio por produtos mais leves e com melhor aproveitamento de espaços (*space-saving products*), muito requisitados pelo mercado conhecido como “3C” (comunicação, computação e eletrônicos de consumo), aumentou o interesse pela moldagem de peças com espessuras bem inferiores às tradicionais (TWIM - *Thin Wall Injection Molding*). E, como em qualquer processo de desenvolvimento de produto, mas com ainda maior razão, vista a tendência de personalização nesse mercado, protótipos e lotes-piloto se fazem necessários. Dentro desse contexto, os moldes de resina revelam-se como uma alternativa em potencial, não apenas como meio de prototipagem rápida em si, mas também pela aparente compatibilização de suas baixas propriedades térmicas com a possibilidade de se reduzir a pressão mínima para o preenchimento da cavidade, principal limitante da moldagem por injeção de peças de paredes finas. A literatura, contudo, ainda não explora o emprego de moldes RRT para essa aplicação.

Assim, este trabalho de doutoramento está inserido no âmbito das tecnologias de RT para moldagem por injeção de materiais termoplásticos. Seu objetivo é investigar a influência das principais variáveis de controle do processo na qualidade de peças de polipropileno isotático (iPP), com paredes espessas e finas, injetadas em moldes fabricados por vazamento de resina epoxídica (VRE), de forma sistemática e comparativa ao processamento em moldes convencionais usinados em aço. O polipropileno é um termoplástico semicristalino largamente usado na indústria de transformação de polímero. Apesar de ser um *commoditie*, as propriedades do PP o qualificam como concorrente dos termoplásticos de engenharia para inúmeras aplicações técnicas, além de proporcionar particular adequação à moldagem de peças de paredes finas. Por ser um dos materiais de maior interesse tanto da indústria como da comunidade científica, o polipropileno foi uma escolha natural para este trabalho.

## 1.1 Organização do documento

O Capítulo 2 revisa **conceitos e definições sobre processo de moldagem de termoplásticos por injeção**, que se fazem necessárias para a adequada compreensão deste trabalho.

Por ser um ramo menos conhecido da moldagem por injeção e possuir características muito particulares, o Capítulo 3 aborda **injeção de peças de paredes finas em moldes convencionais**, apresentando conceitos, comentando a problemática do processo e sintetizando a literatura que trata da influência dos parâmetros do processo nas propriedades dessas peças.

O Capítulo 4 começa com uma breve introdução sobre prototipagem rápida e fabricação rápida de moldes, passa pela descrição sucinta das técnicas empregadas para a fabricação dos moldes utilizados no trabalho – estereolitografia e vazamento de resina – para, então, se concentrar sobre a **revisão das publicações na área de moldes de injeção de fabricação rápida em resina**. As necessidades da área foram identificadas e discutidas, de forma a estabelecer as diretrizes para este e outros trabalhos.

Após sintetizar as discussões dos Capítulos 3 e 4, o Capítulo 5 define e justifica o **tema do trabalho**, para então apresentar seus **objetivos**.

**Materiais e métodos** são apresentados no Capítulo 6. Justifica-se a seleção do polipropileno, dos materiais, das geometrias dos corpos de prova, dos processos de fabricação dos moldes, do planejamento experimental e das técnicas de caracterização. Descreve-se os procedimentos de simulação do processo de injeção, moldagem e ensaios de caracterização.

No Capítulo 7, os **resultados** da moldagem e dos ensaios de caracterização das peças de paredes espessas são inicialmente apresentados e comparados à literatura. Sequencialmente, é feita a **discussão das relações processo-estrutura-propriedades**. A mesma sistemática é usada no Capítulo 8, para a moldagem das peças de paredes finas, onde os resultados são ainda comparados aos do Capítulo 7.

Finalmente, o Capítulo 9 sumariza a discussão, apresenta as **conclusões** do trabalho e sugere temas para a continuidade da linha de pesquisa.

# *Capítulo 2*

## *Considerações sobre o processo de moldagem por injeção*

## 2 CONSIDERAÇÕES SOBRE O PROCESSO DE MOLDAGEM POR INJEÇÃO

Este capítulo não pretende revisar os amplamente abordados e notórios conceitos básicos do processo de moldagem por injeção. Seu objetivo é introduzir temas específicos, especialmente importantes para o entendimento da sequência do trabalho, dividindo-se em duas partes. A primeira trata de descrever e definir as variáveis de controle da moldagem por injeção, já que a ausência de um padrão ou convenção costuma dificultar o entendimento tanto de descrições de metodologia experimental como de discussões sobre as relações entre processamento e propriedades. A segunda sintetiza o conhecimento sobre a distribuição estrutural do polipropileno em peças injetadas.

### 2.1 Variáveis de controle da moldagem por injeção

CHEN E TUNG (2004) classificam as variáveis que controlam a moldagem por injeção em três categorias: processo, máquina e qualidade.

#### 2.1.1 Variáveis de controle do processo: as macrovariáveis

As variáveis de controle do processo são aquelas que alteram as características da matéria-prima, ou propriedades ditas internas, como orientação e relaxação molecular, parâmetros microestruturais (morfologia), nível de compactação das regiões amorfas, nível de tensões residuais e estrutura química (por degradação ou reticulação). Cada etapa de um processo de transformação é controlada por um conjunto de variáveis de processo.

São os valores adequados, uniformes e ciclicamente repetidos das variáveis de controle do processo que garantem a qualidade e a repetibilidade das propriedades ditas externas, como dimensões, massa, propriedades mecânicas, propriedades óticas, propriedades elétricas, propriedades de barreira e acabamento superficial.

Sintetizando-se o conteúdo de algumas principais obras sobre o processo de moldagem por injeção (JOHANNABER, 1994; MALLOY, 1994; ROSATO e ROSATO, 1994; POTSCH e MICHAELI, 1995; BIRLEY *et al.* (1997)) pode-se definir que as quatro “macrovariáveis” que controlam praticamente todo o processo de injeção são:

- **TEMPERATURA DE MASSA:** é a temperatura local do material injetado em um determinado tempo durante o ciclo de injeção; pode-se assumir a temperatura de injeção (temperatura do material dosado no canhão) como referência inicial, mas ao longo do processo seu valor é alterado por efeito das demais variáveis.



- **TAXA DE RESFRIAMENTO:** é a velocidade com a qual o material perde calor; isso modifica, por exemplo, o grau de cristalinidade e/ou o tamanho dos cristais do material, tendo efeitos importantes nas propriedades dimensionais, mecânicas e óticas do moldado.
- **PRESSÃO NA CAVIDADE:** é a pressão do material no interior da cavidade; costuma-se assumir como referência a pressão máxima atingida durante a moldagem; essa variável controla a quantidade de material injetado no molde e, por consequência, a massa e a precisão dimensional das peças, além de influir em tensões residuais e empenamento.
- **VELOCIDADE DE ESCOAMENTO:** é a velocidade com a qual o material flui pela cavidade durante o preenchimento; está fortemente associada à taxa de cisalhamento e, por isso, tem efeitos sobre temperatura de massa, orientação molecular, degradação e tensões residuais.

Forças externas ao ambiente da cavidade, como as condições de temperatura e umidade do ar ou como as naturais oscilações no funcionamento da máquina injetora, alteram as variáveis de controle do processo. Isso faz com que se produza uma determinada variabilidade nos indicadores de qualidade das peças, mesmo sem intervenção do operador no painel de controle da máquina injetora (BIRLEY *et al.*, 1997; CANOVI, 2004).

### 2.1.2 Variáveis de controle da máquina injetora: os parâmetros operacionais

Para que o operador da injetora possa controlar a qualidade do produto, seja para compensar forças externas, como para otimizar a produção e a qualidade, é preciso alterar os valores das variáveis que controlam o processo. Infelizmente, porém, nos controles da máquina não há parâmetros de programação diretos como temperatura do material, taxa de resfriamento e pressão na cavidade. Assim, o controle do processo é feito de maneira indireta: o operador regula a máquina e a máquina atua sobre o processo.

Cada máquina possui um controle (manual ou via *software*) diferente, com maior ou menor quantidade e qualidade de recursos, com maior ou menor facilidade de manuseio e com maior ou menor precisão. Porém, todos os controles de máquinas têm o mesmo objetivo: ajustar as variáveis que controlam o processo. Ou seja, os controles da máquina injetora são ferramentas usadas pelo operador para a obtenção de um produto com os requisitos de qualidade desejados. Obviamente, essa qualidade somente será alcançada se, além da regulação da máquina, a matéria-prima, o molde, o meio-ambiente e a própria máquina forem adequados.

Em uma máquina injetora de acionamento hidráulico, as principais variáveis operacionais (ou parâmetros de programação) que agem sobre as variáveis de controle do processo são:

- **velocidade de avanço do parafuso:** quanto maior for o valor programado, maior será a velocidade de escoamento do material pela cavidade, aumentando a dissipação viscosa de calor decorrente do cisalhamento; portanto, a mesma variável também modifica a temperatura da massa.
- **pressão de injeção/recalque:** é a pressão no atuador hidráulico que controla a força e a velocidade do movimento axial do parafuso durante as etapas de injeção (preenchimento) e recalque e, por consequência, a pressão na cavidade; em algumas máquinas esse parâmetro não se refere ao valor da pressão do óleo no cilindro hidráulico, mas sim à pressão específica sobre o material dosado no canhão ou “pressão na ponta do parafuso”; seu valor representa, a pressão hidráulica multiplicada pela razão entre as áreas das seções transversais do pistão hidráulico e do parafuso de injeção.
- **comutação:** marca a transição entre injeção e recalque, momento em que o movimento de avanço do parafuso deixa de ser comandado pela velocidade programada e passa a obedecer à pressão programada para o recalque, durante um tempo programado (tempo de recalque); a comutação pode ser determinada pela programação de limites de tempo, posição do parafuso, pressão hidráulica, ou pressão na cavidade (lida por transdutores dedicados).
- **temperatura do cilindro de aquecimento:** influencia a temperatura de massa.
- **tempo de residência:** influencia a temperatura de massa.
- **velocidade de rotação do parafuso:** influencia a temperatura de massa.
- **temperatura do fluido de resfriamento do molde:** controla a temperatura das paredes da cavidade do molde; como o operador não pode mudar o material do molde nem o projeto do sistema de resfriamento, essa é uma das duas únicas formas de se controlar a taxa de resfriamento do polímero no interior do molde.
- **vazão do fluido de resfriamento do molde:** da mesma forma que a variável anterior, controla a taxa de resfriamento.
- **tempo de molde fechado:** modifica a taxa de resfriamento do material; após a abertura do molde, o material continua resfriando, primeiramente em contato com

apenas uma das metades do molde e, depois da extração, sem nenhum contato com o molde;

- **contrapressão:** é a pressão do atuador do parafuso contrária ao seu retorno durante a etapa de dosagem; quanto maior o número de rotações do parafuso durante o percurso de dosagem, maior é o aumento de temperatura e de homogeneidade da massa, em função do cisalhamento.
- **curso de dosagem:** modifica a quantidade de material dosado e, assim, pode alterar a pressão no interior da cavidade durante injeção e recalque.
- **tempo, posição ou pressão de comutação:** o parâmetro de comutação modifica a pressão hidráulica programada; conseqüentemente, a influência da comutação no processo é, indiretamente, a mesma da pressão hidráulica.
- **força de fechamento:** caso esse parâmetro seja inferior ao correto, o material sai da cavidade para a superfície de fechamento do molde e, por conseqüência, diminui-se a pressão na cavidade; isso resulta em alteração da massa, erro dimensional e surgimento de rebarbas.

Para uma máquina de acionamento elétrico, os parâmetros de programação podem ser ligeiramente diferentes. Por exemplo, não há pressão hidráulica a ser programada, mas direta ou indiretamente programa-se a força com a qual o parafuso se desloca.

### 2.1.3 Variáveis de controle da qualidade

São os efeitos do processamento na qualidade do moldado que podem ser monitorados quantitativa ou qualitativamente durante ou após o processo, como massa e dimensões da peça, presença de bolhas e rechupes, aparência de linhas de solda, tempo real de preenchimento da cavidade, pressão hidráulica real, velocidade real de avanço do parafuso, colchão, etc.

Especialistas no processo (GROLEAU E GROLEAU, 2000; ROSATO E ROSATO, 1995) e fabricantes de máquinas injetoras (INDUSTRIAS ROMI, 1996) consideram o colchão – o volume de material moldado restante no cilindro de aquecimento após o término do recalque – como a principal variável de controle de qualidade. Essa variável representa, com considerável consistência, a repetibilidade da quantidade de material que entra na cavidade a cada ciclo.

### 2.1.4 Parâmetros de injeção

Em função do discutido nas seções anteriores, doravante os termos “parâmetros de moldagem” e “parâmetros de injeção” serão usados com sinônimos para designar as variáveis de controle da máquina (parâmetros operacionais), mas não somente em referência aos campos de

programação na tela de controle da injetora e seus respectivos valores de entrada, mas também como um parâmetro a ser mantido sob controle durante os ensaios de moldagem, de modo a incidir padronizadamente sobre as variáveis que controlam fisicamente o processo de moldagem no interior da cavidade.

### 2.1.5 Índices termomecânicos do processo

A moldagem por injeção é caracterizada por grandes gradientes de temperatura e altos níveis de tensão, com suas respectivas variações de intensidade tanto através da espessura como ao longo do caminho de fluxo. Esse ambiente termomecânico está associado às propriedades do material, à geometria da cavidade, ao projeto do molde (sobretudo aos sistemas de alimentação e resfriamento, mas no caso específico desse trabalho, também ao material do molde) e aos equipamentos e seus respectivos parâmetros operacionais (VIANA *et al.*, 2002).

WRIGHT *et al.* (1988) e VIANA *et al.* (2004) traçaram conclusões semelhantes quanto à dificuldade de se estabelecer relações processo-estrutura-propriedades específicas: “as mudanças nos parâmetros de moldagem, combinadas ou específicas, agem simultaneamente sobre o grau de cristalinidade, espessura de lamela, orientação molecular e tamanho de esferulitos, não permitindo o isolamento das respectivas relações”. WRIGHT *et al.* (1988) ainda comentaram que pequenas variações nos parâmetros de moldagem podem provocar grandes alterações morfológicas, sem que o grau de cristalinidade seja afetado de forma proporcional.

Deste modo, VIANA *et al.* (2004) preconizam uma forma alternativa de se estudar e prever os efeitos do processo sobre a estrutura e as propriedades e definem dois índices que agrupam as variáveis de processo, caracterizam o ambiente termomecânico e representam mais diretamente a fenomenologia que afeta o desenvolvimento da microestrutura:

- **índice térmico do núcleo  $Y_c$** , que relaciona o grau de superaquecimento (diferença entre a temperatura local e a temperatura de cristalização) e a taxa de resfriamento, refletindo o balanço térmico do processo e as condições de cristalização do núcleo da peça;
- **índice termomecânico da pele  $\tau_{ys}$** , medida indireta do balanço entre orientação molecular decorrente do fluxo e relaxação da orientação após o fluxo, ou seja, da orientação molecular final da pele<sup>1</sup> (camada superficial da peça).

O índice térmico é dado pela equação 2.1, onde  $T_b$  é a temperatura média ponderada pela velocidade de escoamento (*bulk temperature*) através da espessura da peça no ponto analisado,  $T_c$  é a temperatura de cristalização e  $T_i$  é a temperatura na interface polímero-molde.

---

<sup>1</sup> As definições de “pele” e “núcleo” estão na próxima seção deste capítulo.

$$Y_C = \frac{T_b - T_c}{T_b - T_i} \quad \text{eq. 2.1}$$

$T_i$ , por sua vez, é dada pela equação 2.2, onde  $b$  é a efusividade térmica<sup>1</sup>,  $T$  a temperatura e os índices *pol* e *mold* referem-se, respectivamente, ao polímero e ao molde.

$$T_i = \frac{b_{pol}T_{pol} + b_{mold}T_{mold}}{b_{pol} + b_{mold}} \quad \text{eq. 2.2}$$

O índice termomecânico é definido pela equação 2.3, onde  $\tau_w$  é a máxima tensão de cisalhamento desenvolvida na região analisada e  $Y_s$  é um índice térmico equivalente a  $Y_c$ , mas que considera a temperatura média da pele  $T_s$  ao invés de  $T_b$ .

$$\tau_{Y_s} = \frac{\tau_w}{e^{Y_s}} \quad \text{eq. 2.3}$$

Os valores de  $T_s$ ,  $T_b$  e  $\tau_w$  são estimados por meio de simulação do processo de moldagem por injeção em *softwares* comerciais de análise por elementos finitos (FEA). O valor de  $T_c$  pode ser obtido experimentalmente ou tomado da ficha técnica do material.

Ponderando os índices termomecânicos pelas espessuras relativas da pele e do núcleo, VIANA *et al.* (2004) propuseram um modelo que relaciona o processamento às propriedades mecânicas de tração. Um exemplo do modelo é mostrado pela equação 2.4, onde  $\theta_{S/T}$  é a razão entre a espessura da pele e a espessura total da amostra e  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $b$  e  $c$  são constantes de ajuste do modelo, determinadas experimentalmente e dependentes da propriedade mecânica em questão e da velocidade de estiramento usada no ensaio.

$$\text{Propriedade mecânica} = A + B[(1-\theta_{S/T}) * Y_c]^b + C(\theta_{S/T} * \tau_{Y_s})^c \quad \text{eq. 2.4}$$

## 2.2 Distribuição morfológica do polipropileno na espessura de peças injetadas

Tomando como exemplo a seção transversal de peças de PP moldadas por injeção, sua observação em microscópio ótico de luz polarizada permite a distinção de duas regiões morfológicamente distintas: uma camada externa (pele), em contato com a superfície da cavidade e de estrutura não resolvida oticamente, e um núcleo granuloso, nitidamente esferulítico (KANTZ *et al.*, 1972; FUJIYAMA *et al.*, 1988). A investigação mais detalhada da distribuição morfológica do polipropileno revela a existência de outras camadas. Via microscopia e difração de raios-X, MENCİK e FITCHUM (1973) *apud* FUJIYAMA *et al.* (1998)

<sup>1</sup> ver definição na seção 6.4, equação 6.1.

encontraram 5 camadas com variação na direção da orientação cristalográfica. Segundo STERN (2005), outros autores já descreveram até 7 camadas diferentes.

De forma simplificada, a observação de cortes paralelos ao fluxo revela uma estruturação básica em 3 camadas ao longo da espessura de peças de PP injetadas (PONTES *et al.* 2002; VIANA *et al.*, 2002), como mostra a figura 2.1:

- I. Pele;
- II. Zona de transição;
- III. Núcleo.

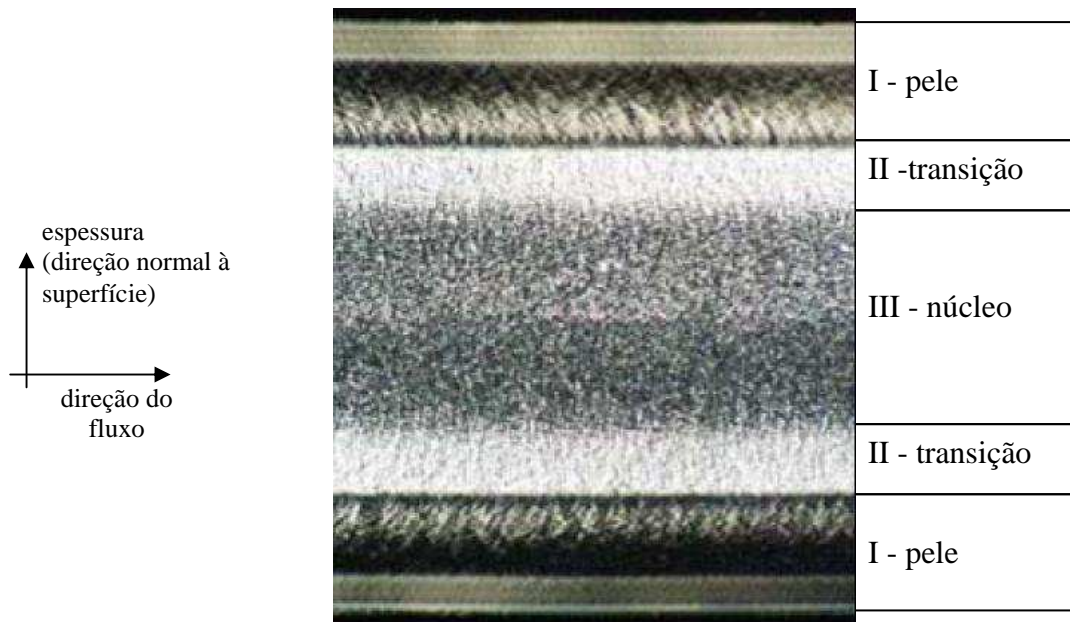


figura 2.1. Micrografia mostrando a estrutura de camadas morfológicas do PP injetado. [Adaptado de PONTES *et al.* (2002)].

### 2.2.1 Pele

A denominação *skin layer*, dada à pele pela maioria dos autores, costuma ser traduzida para “camada congelada”. Esse termo, contudo, é melhor aplicado à região solidificada junto à parede do molde num dado instante do preenchimento, como mostra a figura 2.2 (adaptada de ROSATO e ROSATO, 1994; e POTSCH e MICHAELI, 1995). A pele é um resultado do processo, e sua espessura e morfologia típicas decorrem do complexo campo termomecânico desenvolvido nas proximidades da parede da cavidade durante o preenchimento (MENDOZA *et al.*, 2003). Também por isso, a pele não é uma camada estruturalmente homogênea.

Embora não haja uma padronização das nomenclaturas, nem dos critérios e formas de descrição da fenomenologia e das características morfológicas, pode-se dizer que a literatura divide a pele em subcamadas.

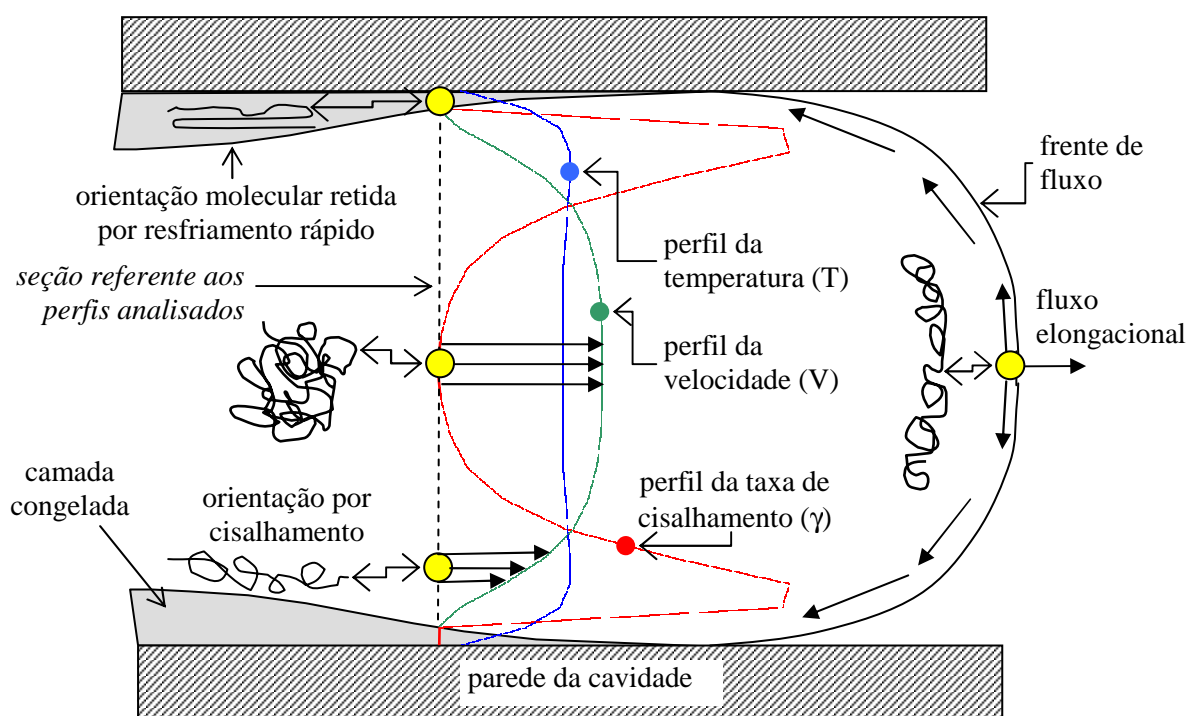


figura 2.2. Representação esquemática do fluxo em forma de fonte.

A estrutura da primeira subcamada, em contato direto com a parede do molde, em geral é atribuída ao rápido resfriamento de moléculas que sofreram deformação elongacional na frente de fluxo, permanecendo estiradas na formação da camada congelada (SCHRAUWEN *et al.*, 2004; STERN, 2005). Enquanto ZHU E EDWARD (2004) relatam que essa camada é freqüentemente descrita como tendo alto conteúdo amorfo, WANG *et al.* (2004) sustentam que predominam moléculas fortemente orientadas na direção do fluxo, com feixes de moléculas paralelas assumindo uma configuração fibrosa conhecida como “shish”. FUJIYAMA *et al.* (1988) e ZUIDEMA (2000) especulam que essa camada é orientada e apresenta-se na fase mesomórfica, cuja organização intermediária entre o cristalino e o amorfo é característica do polipropileno resfriado a altas taxas (COCCORULLO *et al.*, 2003; ZIA *et al.*, 2006).

Por outro lado, outros autores afirmam que a alta densidade de núcleos de cristalização resultante da combinação de fluxo elongacional e resfriamento rápido, gera uma camada transcristalina (VARGA *et al. apud* KARGER-KOCSIS *et al.*, 1999) e com orientação cristalográfica inclinada em direção ao núcleo da peça (MENDOZA, *et al.*, 2003).

Por sua vez, MENCİK E FITCHUM *apud* FUJIYAMA *et al.* (1988), TROTIGNON E VERDU (1987), KALAY E BEVIS (1997) e VARGA *et al. apud* KARGER-KOCSIS *et al.* (1999) subdividem a primeira subcamada da pele em duas zonas distintas, a de estrutura não discernível por microscopia ótica e a finamente esferulítica.

Após as primeiras camadas da pele, o fluxo de cisalhamento atinge um nível máximo de tensão, provocando o aparecimento de uma terceira subcamada da pele, conhecida como *shear*

layer ou camada de cisalhamento (VIANA *et al.*, 2002). Ao microscópio, se apresenta como uma faixa escura, de estrutura não resolvível, mas altamente birrefringente e de tom azul forte quando observada com uma placa de retardo de comprimento de onda (KADOTA, *et al.*, 1998).

É composta por moléculas fortemente orientadas na direção do escoamento, possuindo uma estrutura peculiar de processos de cristalização rápida sob alto cisalhamento: o shish-kebab, mostrado na figura 2.3. Conforme proposto por FUJIYAMA *et al.* (1988), um feixe de moléculas fortemente orientadas na direção do fluxo pelo fluxo de cisalhamento (shish) atua como um nucleador para a cristalização de lamelas que crescem perpendicularmente ao fluxo (kebabs ou lamelas mães). O processo conhecido como cristalização secundária gera lamelas filhas, perpendiculares aos kebabs. Isso dá origem à característica “orientação bimodal” do polipropileno, uma vez que as moléculas das lamelas mães têm o eixo cristalográfico  $c$  orientado na direção do fluxo, assim como o eixo  $a^*$  das moléculas das lamelas filhas. A fase amorfa, normalmente altamente estirada, preenche o espaço entre as estruturas cristalinas lamelares na forma  $\alpha$  (monoclínica), embora uma pequena porção de forma  $\beta$  (hexagonal) também possa ser encontrada (VIANA *et al.*, 2001). Uma terceira forma da fase cristalina,  $\gamma$  (ortorrômbica), costuma aparecer quando o material é processado sob altas pressões (KALAY E BEVIS, 1997; COCCORULLO *et al.*, 2003).

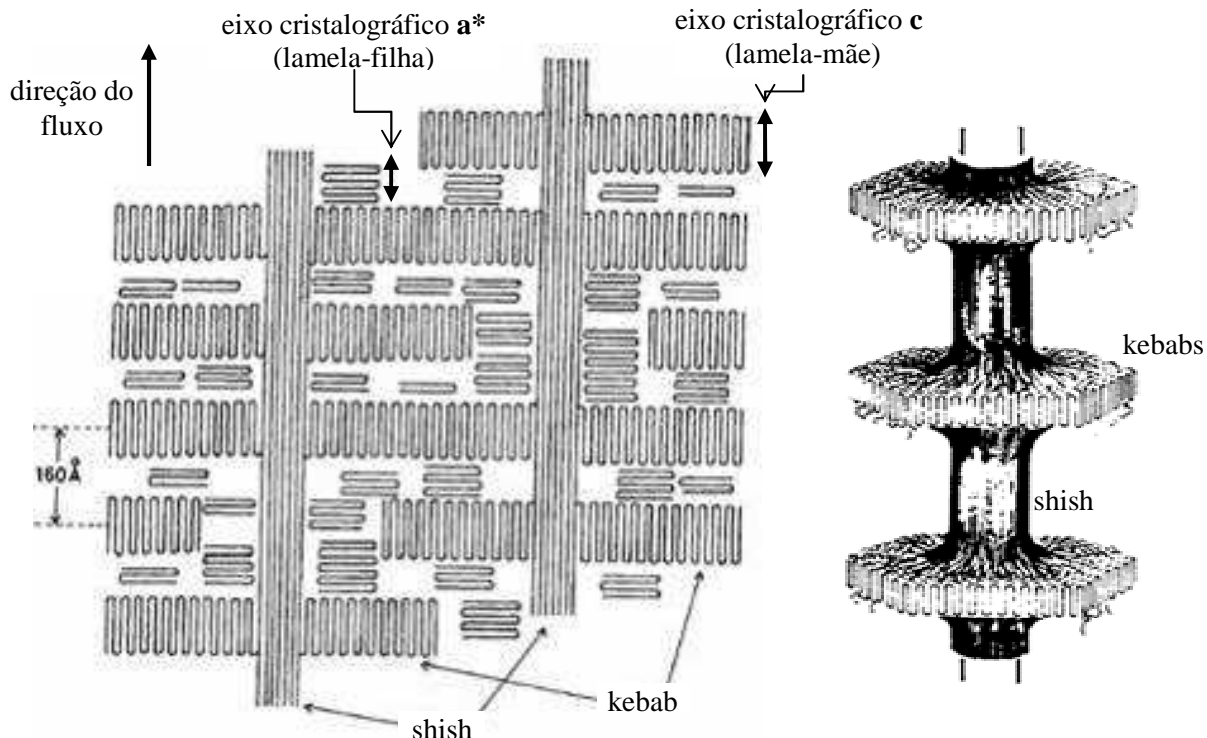


figura 2.3. Shish-kebab. À esquerda, uma representação bidimensional, mostrando a orientação cristalográfica bimodal. [Adaptado de FUJIYAMA *et al.* (1988)]. À direita, uma representação tridimensional. [Adaptado de HOFFMANN E MILLER (1987)].



SCHRAUWEN *et al.* (2004) verificaram uma zona de transição na pele, entre a camada superficial e a de cisalhamento, onde a tensão de cisalhamento não é suficientemente alta a ponto de gerar shish-kebabs, mas dá origem a uma camada birrefringente composta por estruturas lamelares que crescem perpendicularmente ao fluxo (*row structures*). De fato, STERN (2005) confirmou essas estruturas por microscopia eletrônica de varredura e transmissão (SEM e TEM). ZHU E EDWARD (2004), por meio de espalhamento de raios-x de pequeno ângulo (SAXS), propuseram a existência de uma camada com ampla predominância de kebabs em relação aos shishs, o que se assemelharia muito às observações de STERN (2005) e SCHRAUWEN *et al.* (2004).

Em resumo, a pele seria formada por 1 a 4 subcamadas, conforme as condições de processamento e as propriedades do polímero (ver figura 2.4):

- a. **camada superficial:** menos cristalina que as demais, devido ao resfriamento rápido, e orientada pelo fluxo elongacional;
- b. **camada refinada:** composta por esferulitos finos, alongados ou não em direção ao núcleo de acordo com a intensidade do gradiente térmico, correspondente à uma zona em que a menor taxa de resfriamento permite o desenvolvimento de um maior nível de cristalinidade e na qual ainda não há fluxo de cisalhamento considerável;
- c. **camada de baixo cisalhamento:** orientada e muito birrefringente, composta predominantemente por lamelas perpendiculares ao fluxo;
- d. **camada de alto cisalhamento:** orientada e mais birrefringente que as demais, composta predominantemente por shish-kebabs.

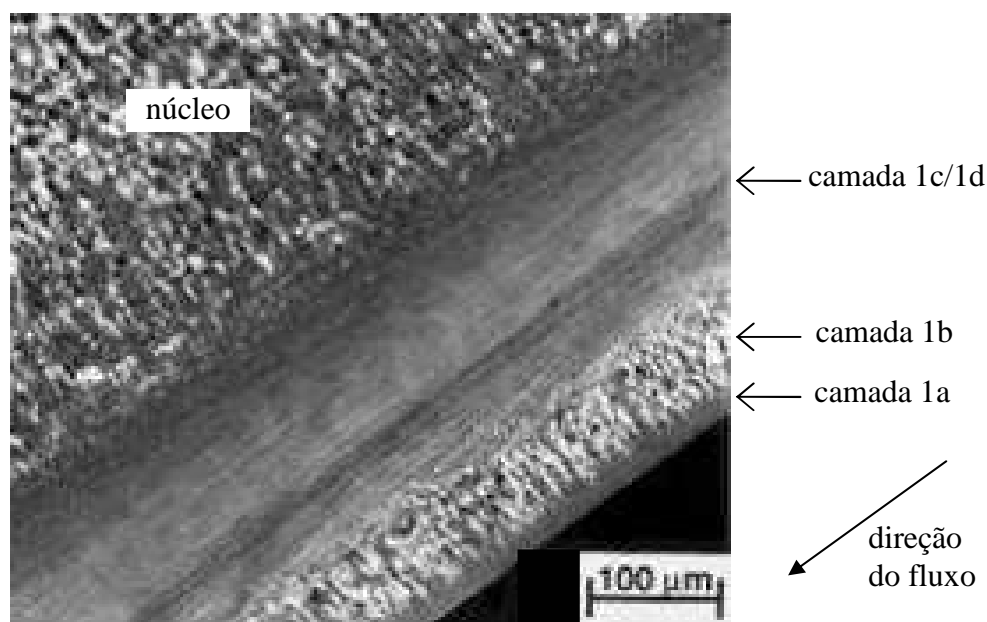


figura 2.4. Micrografia mostrando as subcamadas da pele. Adaptado de KARGER-KOCSIS *et al.* (1999).

A figura 2.5 esquematiza as subcamadas da pele (Ia-Ic), bem como o restante da distribuição morfológica até o centro da espessura da peça.

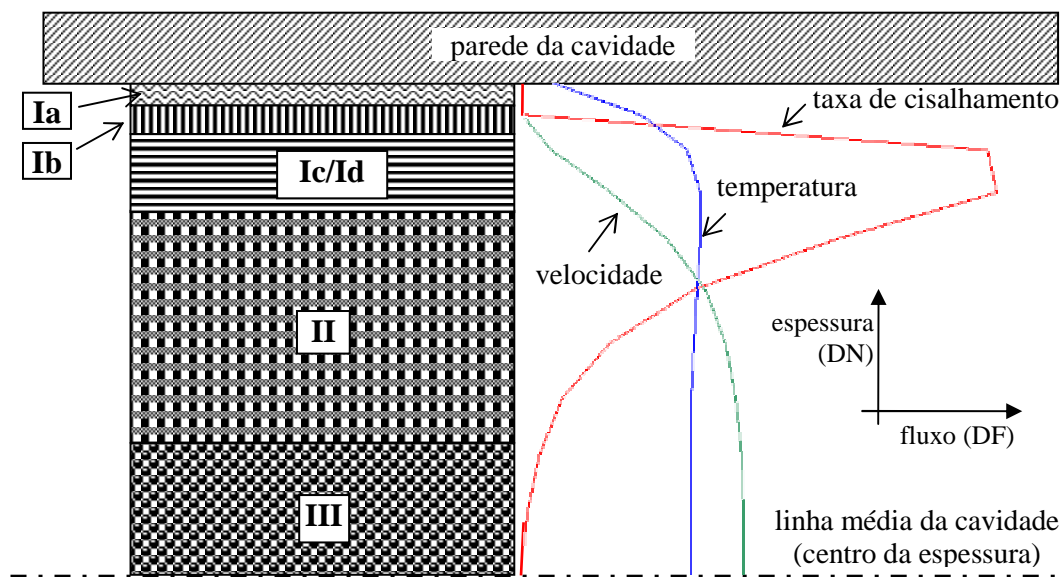


figura 2.5. Esquematisação da estrutura de camadas do PP injetado: camada superficial (Ia), camada refinada (Ib), camadas de baixo e alto cisalhamento (Ic/Id), zona de transição/núcleo orientado (II), e núcleo isotrópico (III).

### 2.2.2 Núcleo

O núcleo (*core*), de aparência granulosa, é formado por  $\alpha$ -esferulitos de tamanhos relativamente grandes, quase sempre isotrópicos e pouco ou nada birrefringentes. Essa morfologia é derivada da cristalização sob condições praticamente quiescentes, após o final do fluxo de baixa velocidade da fase de pressurização e recalque que segue o preenchimento (VIANA *et al.*, 2001).

### 2.2.3 Zona de Transição

A camada 2 é uma zona intermediária ou de transição (*transition zone*) entre pele e núcleo. Conforme VARGA *et al.* (1998) *apud* VIANA *et al.* (2001) e PONTES *et al.* (2002), possui esferulitos de tamanho crescente em direção ao núcleo e sua morfologia é fortemente dependente da etapa de recalque. A combinação da baixa taxa de cisalhamento imprimida pelo lento fluxo de recalque com a decrescente viscosidade do material sob resfriamento, faz com que a tensão de cisalhamento seja suficientemente alta para provocar orientação molecular e, com isso, a birrefringência da zona, como mostra a figura 2.6.

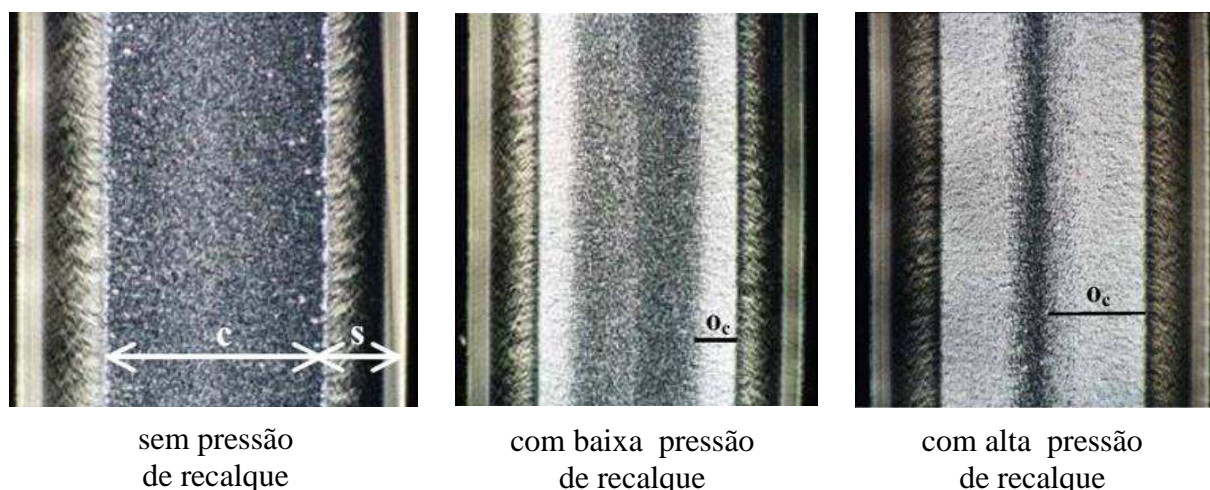


figura 2.6. Micrografias mostrando a maior birrefringência do núcleo orientado ( $O_c$ ) em comparação com o núcleo praticamente isotrópico (c) e a pele orientada na direção do fluxo (s) para 3 condições de recalque. [Adaptado de PONTES *et al.* (2002)].

Conforme STREBEL *et al.* (2004), a estrutura laminar que se observa nas micrografias do iPP pode ser relacionada a variações de intensidade ou direção preferencial da orientação cristalográfica em relação à direção do fluxo. Como mostra a figura 2.7, há um patamar de orientação intermediária entre a pele fortemente orientada e o núcleo dito isotrópico, caracterizando as camadas 2 e 3.

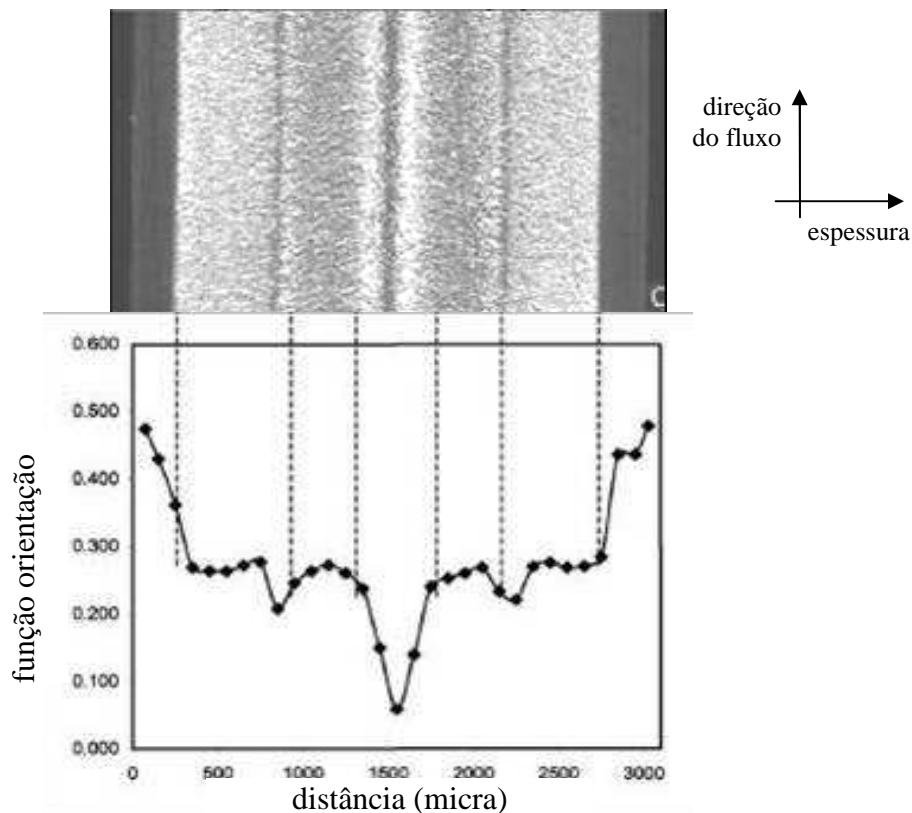


figura 2.7. Comparação do nível de birrefringência nas micrografias com perfil de orientação molecular obtido por espectroscopia de infravermelho. [Adaptado de STREBEL *et al.* (2004)].

Segundo VARGA *et al.* (1998) *apud* VIANA *et al.* (2001), outra característica desta zona é a relativamente alta densidade de  $\beta$ -esferulitos tipo III, cuja birefringência negativa os torna facilmente perceptíveis no microscópio de luz polarizada. TROTIGON E VERDU (1997) afirmam que sua formação se dá quando zonas previamente cisalhadas alcançam a faixa de temperatura em que sua taxa de cristalização é superior à da fase  $\alpha$  (100 a 125 °C) ainda sob influência de pressão. Segundo KADOTA *et al.* (1998), a zona dos  $\beta$ -esferulitos é conhecida como camada transcristalina, e situa-se no limite entre pele e núcleo, confirmando as relações diretas de sua origem com o fluxo mais lento do final de preenchimento e início de recalque e de seu crescimento com o desenrolar do tempo de recalque (ver figura 2.8). Ainda segundo KADOTA *et al.* (1998), a zona transcristalina pode se formar junto à parede do molde na extremidade da cavidade oposta à entrada, especialmente quando a temperatura do molde é alta. O tamanho dos  $\beta$ -esferulitos cresce na direção do gradiente de temperatura (KADOTA *et al.*, 1998), ou seja, perpendicularmente ao fluxo, da superfície ao núcleo.

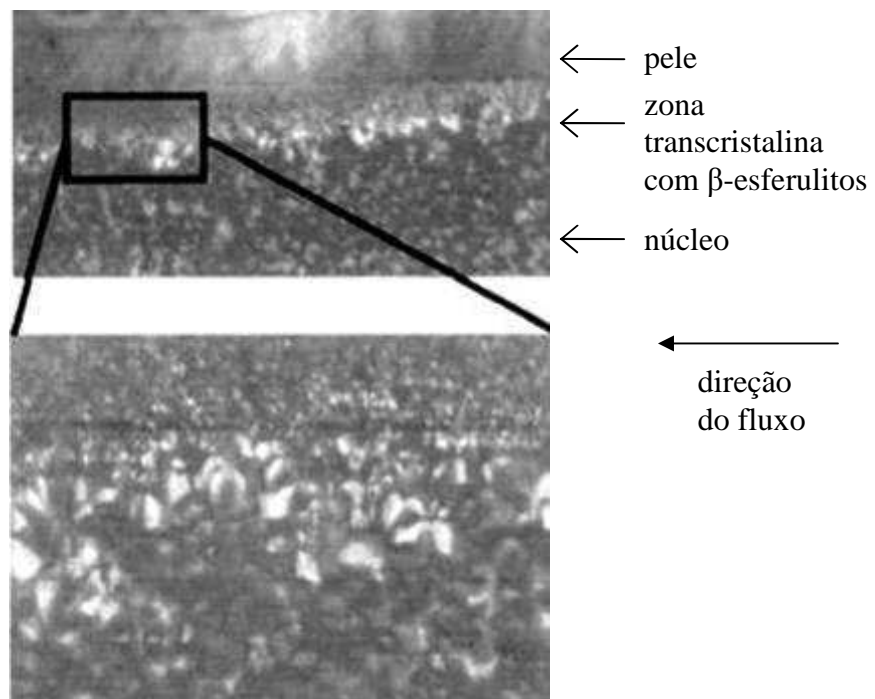


figura 2.8. Micrografia mostrando  $\beta$ -esferulitos de birrefringência negativa que caracterizam a zona transcristalina no limite entre pele e núcleo. [Adaptado de KADOTA *et al.* (1998)].

A literatura ainda cita outras zonas microestruturalmente diversas na zona de transição entre pele e núcleo. JERSCHOW (1997) *apud* ZUIDEMA (2000) aponta uma faixa de esferulitos refinados (*fine-grained layer*) imediatamente abaixo da pele, região onde muitos núcleos seriam induzidos sob cisalhamento, mas que não formariam “cilindritos” (como os shish-kebabs), porque a cristalização ocorreria somente após o fluxo cessar.

TROTIGNON E VERDU (1987) sustentam que após o preenchimento, a pressão de recalque subitamente eleva a pressão na cavidade e, com isso, desloca a temperatura de cristalização do material ( $T_c$ ) de um determinado nível ( $T_{c1}$ ) para um valor mais alto ( $T_{c2}$ ). Para a faixa de polímero que se encontrava sob temperatura entre  $T_{c1}$  e  $T_{c2}$ , a taxa de cristalização máxima nunca é alcançada e o grau de cristalinidade é reduzido a um valor mínimo, comparável ao da camada superficial da pele.

STERN (2005) propõe uma distribuição morfológica em que a camada de cisalhamento composta por shish-kebabs é substituída por uma zona de esferulitos alongados na direção do gradiente térmico, com mostra a figura 2.9. Segundo a autora, a formação do shish-kebab em relação a outras estruturas energeticamente mais favoráveis ocorre para taxas de cisalhamento superiores a um valor crítico (da ordem de  $10^5$  1/s), dificilmente alcançável com polipropilenos de baixo peso molecular.

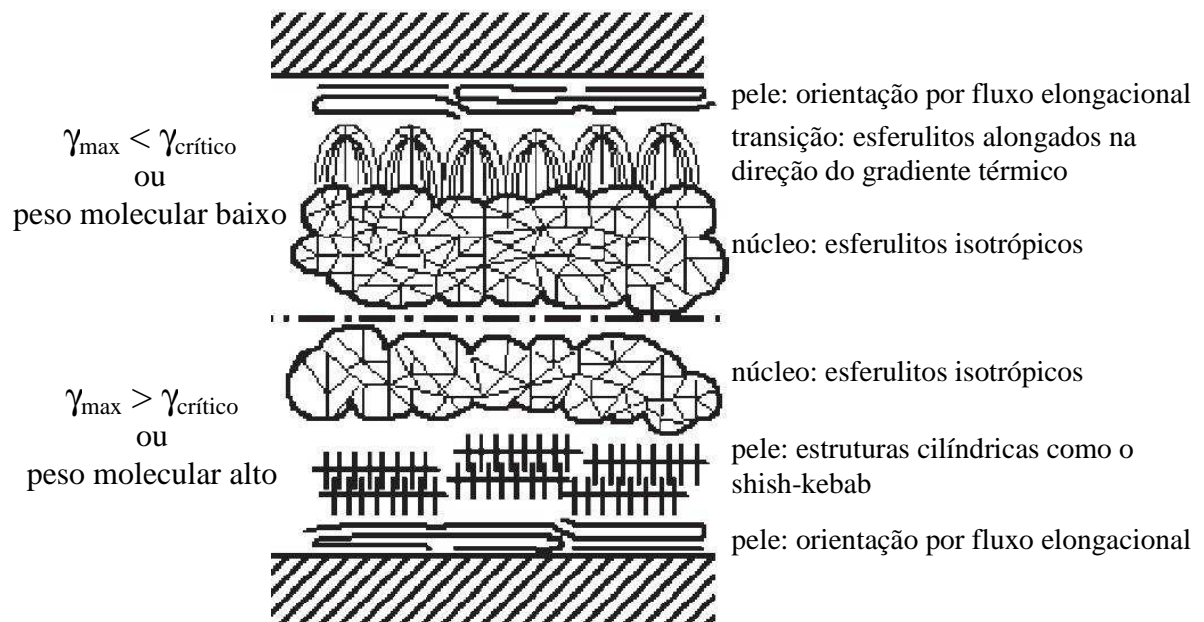


figura 2.9. Influência do peso molecular e da taxa de cisalhamento na distribuição morfológica.  
[Adaptado de STERN (2005)].

# *Capítulo 3*

*Injeção de peças de parede  
fina em moldes metálicos*

### **3 INJEÇÃO DE PEÇAS DE PAREDE FINA EM MOLDES METÁLICOS**

Conforme YAO e KIM (2003), uma das tendências gerais no desenvolvimento de produtos é a redução de peso e tamanho dos produtos e componentes, especialmente para emprego nos exigentes mercados de eletro-eletrônicos, embalagens e veículos automotores e ou aeroespaciais. Com isso, a espessura dos componentes plásticos injetados tem sido reduzida freqüentemente para valores abaixo de 1 mm, em contraste com as espessuras típicas de 2 a 3 mm.

A principal dificuldade na moldagem de peças de paredes finas reside no fato de que a razão entre as espessuras da camada congelada e da peça aumenta drasticamente com a redução da espessura da peça, resultando na exigência de altas pressões e temperaturas de injeção.

Justifica-se, portanto, a necessidade da investigação dos efeitos das variáveis de controle do processo sobre propriedades e problemas de moldagem das peças de paredes finas, o que se reflete no razoável número de trabalhos publicados sobre o tema nos últimos anos, como será visto neste capítulo.

#### **3.1 Definição de peça com paredes finas**

Segundo CHEN *et al.* (2001), em termos gerais, o processo de injeção é considerado como moldagem de paredes finas quando a peça tem espessura menor do que 1,5 mm e/ou a razão entre comprimento do caminho de fluxo e espessura é maior do que 100. Trabalhando com modelos para simulação em CAE, MALONEY e POSLINSKI (1998) mostraram que o processo adquire características de “parede fina” quando essa razão atinge 150:1. Já para TANTAKOM e SCHOTT (1998) e COXE *et al.* (2000), peças de parede fina são aquelas com espessura inferior a 1 mm e área superficial mínima de 50 cm<sup>2</sup>. Para a indústria automobilística, onde é freqüente a injeção de peças de grande área ou comprimento de fluxo, componentes de 2 mm de espessura já são considerados “de paredes finas” (WEISS, 2007).

Não há, portanto, uma definição padronizada das características que levam uma peça injetada a ser considerada de “paredes finas”. Aparentemente, faz mais sentido pensar-se na dificuldade de preenchimento da cavidade do que propriamente na espessura da peça, havendo, portanto, espessuras críticas diferentes para cada material injetado e cada tipo de geometria.

#### **3.2 Principais diferenças da injeção de paredes finas em relação ao processo convencional**

Em comparação com a moldagem convencional, a janela de processamento na injeção de peças com paredes finas é fortemente restringida pelo rápido resfriamento do material durante o

processo. Conforme afirmado por YAO e KIM (2003), nas condições usuais de processo, a espessura da pele independe da espessura nominal da cavidade. Assim, em peças de parede fina, há pouco espaço livre para o escoamento do material fazendo com que pressões de injeção muito altas sejam necessárias para que o material fundido consiga preencher a cavidade.

COXE *et al.* (2000) afirmam que essa característica costuma exigir o emprego de máquinas injetoras com um porte desproporcional ao tamanho da peça ou com sistemas hidráulicos especiais, muitas vezes exigindo acumuladores hidráulicos. Além do custo, CHEN *et al.* (2000) explicam que essa solução prejudica a repetibilidade do processo, pois a precisão da movimentação do parafuso plastificador é comprometida pela instabilidade da pressão gerada pelo acumulador.

Segundo MALONEY e POSLINSKI (1998) e YAO e KIM (2003), fornecedores de matéria-prima desenvolveram *grades* ditos de “alto escoamento” para os principais polímeros comerciais, de modo a facilitar o preenchimento da cavidade. Os autores salientam, entretanto, que nem sempre esses materiais satisfazem os requisitos do produto, pois as modificações no peso molecular (PM) e distribuição de peso molecular (DPM) ou incorporação de plastificantes, que aumentam o índice de fluidez desses materiais, também resultam em menores módulos de elasticidade e flexão.

Em relação aos parâmetros de moldagem, a recomendação geral para minimizar a pressão de preenchimento é o emprego de temperaturas altas para o material e o molde, além de uma velocidade de injeção que otimize o tempo de preenchimento da cavidade. Porém, segundo MALONEY e POSLINSKI (1998), HAYDEN *et al.* (1999) e HUANG e TAI (2001), a alta taxa de cisalhamento imposta pelo escoamento rápido numa cavidade delgada aliada a temperaturas no limite superior da faixa de processamento, prejudica a qualidade das peças injetadas, pois favorecem degradação e surgimento de tensões residuais significativas.

Em função da programação de altas velocidades e temperaturas, TANTAKOM e SCHOTT (1998) preconizam o emprego de máquinas com capacidade de injeção máxima semelhante ao volume de material injetado a cada ciclo, para reduzir a contribuição do tempo de residência na degradação do material.

STEVENSON e DUBIN (1999) e SELDÉN (2000) afirmam que o emprego do CAE para simulação do processo é fundamental para minimizar a probabilidade de erros na seleção do material a ser injetado e para otimizar os parâmetros de moldagem em função das propriedades mecânicas desejadas.

YAO e KIM (2003) simularam em *software* CAE uma condição de processamento em que a parede do molde se mantém acima da temperatura de escoamento do material injetado, para intencionalmente prevenir a formação da camada congelada e reduzir a pressão necessária



ao preenchimento na moldagem de peças com paredes finas. Os autores ressaltam que esse efeito tem a vantagem de permitir o uso de velocidades de preenchimento baixas. Com isso, menos tensões residuais são geradas e a degradação é dificultada, produzindo-se peças com melhor qualidade. Esses autores afirmam que se encontra em desenvolvimento um sistema de controle de temperaturas para moldes de injeção que consiga baixar a temperatura da parede da cavidade rapidamente, após o final da etapa de preenchimento.

### **3.3 Influência dos parâmetros de moldagem na estrutura e nas propriedades das peças de parede fina**

TANTAKOM e SCHOTT (1998) estudaram o efeito de parâmetros de moldagem na massa de plaquetas de 1 mm de espessura e comprimento 140 mm, injetadas em *grades* de PC e ABS especiais para paredes finas. O aumento da temperatura do material aumentou a massa das peças, mas com maior intensidade para o PC do que para o ABS. O aumento da temperatura do molde teve menor influência, mas com a mesma tendência. Segundo os autores, com temperaturas mais altas, a espessura da camada congelada é reduzida, permitindo que a etapa de recalque seja mais eficaz no aumento do grau de compactação do material. Com maiores temperaturas para o molde, a resistência a tração também foi aumentada, para ambos os materiais. Já o aumento temperatura de injeção não afetou a resistência à tração do PC e diminuiu ligeiramente a do ABS, por efeitos de degradação térmica.

CHEN *et al.* (2001) investigou as tensões residuais em peças de PC e apurou um aumento de quase 100 % nas tensões residuais da peça de 0,8 mm de espessura em relação à de espessura convencional (2,5 mm). Para todas as espessuras analisadas, as tensões residuais aumentaram com a diminuição da temperatura do material e da temperatura do molde. YU *et al.* (2000) sustentam que velocidades de injeção altas melhoram a distribuição de tensões residuais e que a moldagem de paredes finas admite o uso de temperaturas mais baixas para o material, uma vez que a viscosidade é fortemente reduzida pela alta taxa de cisalhamento característica do processo. WANG e YOUNG (2005) mostraram que as tensões residuais em placas de ABS com 1 mm de espessura sofreram pouca influência da temperatura de injeção. Mas o aumento de apenas 20 °C na temperatura do molde alterou significativamente a intensidade e o sinal das tensões na superfície, enquanto a pressão de recalque deixou de contribuir para o tensionamento residual a partir de um certo valor.

COXE *et al.* (2000) procuraram estabelecer uma janela de processamento para poliestireno sindiotático (sPS) carregado com 30% de fibra-de-vidro injetado em cavidades de 0,5 e 1,0 mm de espessura. A cavidade com 0,5 mm de espessura não foi preenchida completamente por nenhuma das diversas combinações entre valores de temperatura de injeção,

temperatura do molde e velocidades de injeção, mesmo quando o molde foi mantido na temperatura equivalente à temperatura de cristalização do sPS. Nessa situação, não houve a formação da camada congelada, mas os autores não discutiram as causas do preenchimento incompleto. Variando a temperatura do molde, a temperatura do material e a velocidade de injeção, os autores verificaram que apenas o último fator teve influência significativa na percentagem de preenchimento da cavidade. Os autores ainda observaram uma substancial redução no grau de cristalinidade com a diminuição da espessura das peças injetadas com o molde a temperaturas por volta dos 85° C.

HUANG E TAI (2001) usaram um CAE comercial para simular o processo de injeção de placas de PC/ABS com 1 mm de espessura. Por meio de um arranjo ortogonal de Taguchi, investigaram numericamente a influência de cinco fatores no empenamento das peças. Considerando uma temperatura de molde uniforme, concluíram que a pressão de recalque é o parâmetro mais influente, seguido da temperatura do material e do tempo de recalque. Os fatores não significativos foram a velocidade de injeção e a espessura da entrada. Os autores também observaram que a pressão de recalque foi o parâmetro de maior influência na diminuição da contração, tanto na espessura (direção z) quanto no plano xy. As temperaturas do material e do molde tiveram um efeito pouco significativo na contração. Na injeção de sPS, COXE *et al.* (2000) verificaram que apenas a temperatura do molde teve efeito significativo na variação da contração pós-moldagem (medida 24 ou 48 horas após a moldagem).

LIAO *et al.* (2001) verificaram a influência de quatro parâmetros na contração e empenamento de carcaças de aparelhos para telefonia celular em PC/ABS e com 1,3 mm de espessura. Sua principal conclusão é de que o conjunto ótimo de parâmetros é o mesmo para minimizar contração e empenamento, uma vez que esses fenômenos têm origens diferentes.

Em continuação do trabalho de CHEN *et al.* (2001), LIAO *et al.* (2004) ponderam que a maioria dos estudos anteriores investigaram o efeito dos parâmetros de moldagem em peças de geometrias muito simples ou desconsideraram as interações entre os parâmetros na obtenção de valores ótimos. Por meio de um experimento fatorial fracionado, os autores investigaram o efeito da pressão de recalque, velocidade de injeção, temperatura do molde e temperatura do material na contração nas direções x (longitudinal à direção do escoamento) e y (transversal) e o empenamento na direção z de uma carcaça de telefone móvel de 1,3 mm de espessura em PC/ABS. Suas principais conclusões foram:

- a pressão de recalque é o fator de maior influência na estabilidade dimensional das peças;
- a temperatura ótima do molde para o controle da contração longitudinal e do empenamento foi de 70 °C, mas essa variável não alterou significativamente a

contração transversal, dominada pela pressão de recalque e pela temperatura de injeção;

- a condição de processamento ótima para minimizar contração difere da combinação ótima para minimização do empenamento;
- para peças de geometria comercial, a ordem de influências dos fatores nas propriedades e as condições ótimas de moldagem diferem do encontrado na literatura, que trata praticamente apenas de peças simples e sem restrições geométricas à contração.

Quanto à microestrutura de peças de paredes finas, muito pouco foi encontrado na literatura. Conforme KARGER-KOCSIS (1999), como a taxa de resfriamento média é mais alta nas peças de parede fina, a orientação molecular é favorecida em relação à relaxação. Assim, ao contrário do que ocorre no processamento de peças de paredes espessas, a diminuição da temperatura de injeção reduz o grau de cristalinidade, pelo efeito dominante da orientação molecular. A mesma relação pode ser feita quanto à espessura da pele, segundo VIANA (2002). Segundo KARGER-KOCSIS (1999), para peças com paredes finas, o uso de temperaturas de injeção baixas (por volta de 190 °C) pode resultar em maior rigidez e resistência ao impacto.

ZHU e EDWARD (2004) mostraram o efeito da espessura da peça na distribuição morfológica de iPP injetado. Por meio de espalhamento de raios-X de ângulo pequeno (SAXS), examinaram a microestrutura através da espessura de peças com paredes de 1, 3 e 5 mm injetadas sob parâmetros operacionais fixos. A figura 3.1 mostra as morfologias encontradas pelos autores em uma camada a 200 µm da superfície. Para a peça de 1 mm de espessura, predominou a estrutura tipo shish, altamente orientada na direção do fluxo. As estruturas lamelares tipo kebab predominam para a peça com espessura 3 mm, enquanto na peça de 5 mm as lamelas crescem radialmente, ou seja, formando estruturas esferulíticas.

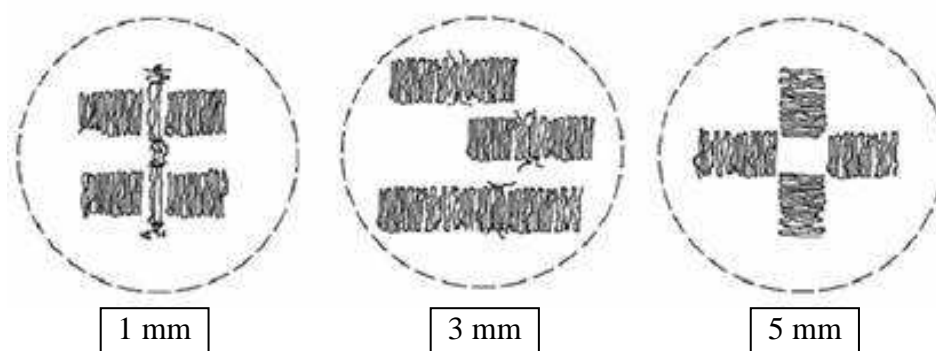


figura 3.1 – Influência da espessura da peça na morfologia do iPP em uma camada a 200 µm da superfície. [Adaptado de ZHU e EDWARD (2004)]

Finalmente, outros pesquisadores têm se concentrado sobre a injeção de peças com dimensões de alguns milímetros a dezenas de micra, processo conhecido como micromoldagem. YU *et al.* (2002), YAO e KIM (2003), SHEN *et al.*(2002) e ZHAO *et al.*(2003) investigaram a influência de diversos parâmetros de processo na qualidade do preenchimento de peças com dimensões entre 5 e 700  $\mu\text{m}$  e na reprodutibilidade de *microfeatures* (texturas) usinadas ou impressas em cavidades de aço, níquel e resina epoxídica foto-resistente (os quais falharam catastróficamente após poucos ciclos, segundo YU *et al.*, 2002). SONG *et al.*(2007) desenvolveram semelhante trabalho para placas com espessuras ditas “ultra-finas”, com 100 e 200  $\mu\text{m}$  de espessura. Em geral, os referidos trabalhos sobre microinjeção mostraram a extraordinária importância da precisão no volume de dosagem programado para cada ciclo, além da necessidade de programação de valores altos para a temperatura do material, do molde e velocidade de injeção.

# *Capítulo 4*

*Moldes de fabricação  
rápida em resina para  
injeção de termoplásticos*

## 4 MOLDES DE FABRICAÇÃO RÁPIDA EM RESINA PARA INJEÇÃO DE TERMOPLÁSTICOS

Este capítulo apresenta uma revisão da literatura sobre moldes de fabricação rápida em resina (RRT) para o processo de injeção de termoplásticos, abordando desde o projeto até sua aplicação comercial. A discussão do estado da arte, com especial atenção no que tange ao processamento, resultou na identificação das necessidades gerais de investigação nessa área e, conseqüentemente, na particular definição dos objetivos desta tese. No início do capítulo, apresenta-se brevemente as tecnologias de fabricação rápida de moldes empregadas do desenvolvimento do trabalho.

### 4.1 Introdução a Prototipagem Rápida e Fabricação Rápida de Ferramentas

Apresentada ao mercado no final dos anos 80, a tecnologia de Prototipagem Rápida (*Rapid Prototyping*, RP) possibilita ao projetista a obtenção de peças ou de um pequeno lote (pré-série) em dias ou horas ao invés de meses ou semanas, partindo-se de uma geometria modelada em sistemas CAD. Os processos de prototipagem que ganharam maior notoriedade comercial são listados na tabela 4.1.

tabela 4.1. Processos de prototipagem rápida. [Adaptado de RIBEIRO JR (1999)].

Sigla	Processo	Patente
<b>3DP</b>	Impressão Tridimensional	MIT & Z-Corporation (EUA)
<b>DMLS</b>	Sinterização a Laser Direta de Metal	DMLS (Alemanha)
<b>FDM</b>	Modelagem por Fusão e Deposição de Materiais	Stratasys (EUA)
<b>LENS</b>	Laser Engineered Net Shaping	Sandia National Labs. (EUA)
<b>LOM</b>	Manufatura Laminar de Objetos	Helisys (EUA)
<b>PLT</b>	Tecnologia de Laminação de Papel	Kira Corporation (Japão)
<b>SGC</b>	Cura Sólida por Máscara	Cubital (Israel)
<b>SL</b>	Estereolitografia	3D Systems (EUA)
<b>SLS</b>	Sinterização Seletiva a Laser	DTM Corporation (EUA)
<b>TSF</b>	Fabricação Topográfica de Cascas	Formus (EUA)

Entretanto, como os materiais de prototipagem costumam diferir muito dos termoplásticos injetados, nem sempre o protótipo construído diretamente pelo equipamento de prototipagem satisfaz as necessidades de determinados estágios do processo de desenvolvimento

de produtos. Frequentemente a equipe de projeto necessita de protótipos com as mesmas características e propriedades do produto final. Por isso, diversos pesquisadores têm procurado investigar o uso da tecnologia de prototipagem rápida para a fabricação rápida de ferramental, denominando esta aplicação de *Rapid Tooling* (RT), ou ferramental rápido (AHRENS e VOLPATO, 2007).

Os processos RT são geralmente caracterizados pela técnica de processo de prototipagem rápida utilizada para a fabricação da ferramenta, já que, em sua maioria, foram desenvolvidas pelos fabricantes dos equipamentos de prototipagem. Os principais processos de fabricação rápida de ferramentas, classificados segundo aplicações, métodos de fabricação, rigidez do material da ferramenta e tecnologia de prototipagem rápida empregada, estão relacionados no trabalho de GOMIDE (2000).

Os processos diretos de fabricação rápida baseiam-se no uso de uma técnica de prototipagem rápida para a produção de uma superfície tridimensional com a geometria da cavidade onde a termoplástico será injetado. O objeto prototipado pode ser um bloco maciço, no qual além da cavidade já estejam formados outros sistemas (canais de resfriamento, alojamentos para pinos extratores, etc.) ou uma casca, cujo fundo é posteriormente preenchido por um material mais econômico e com propriedades térmicas e mecânicas superiores ao do material da casca. Assim, conforme a técnica de RP utilizada e as funcionalidades desejadas para o molde, um número variável de etapas complementares faz parte do processo de fabricação direto. Uma vez fabricados e acabados, os inserts prototipados são montados em porta-molde metálicos muito semelhantes ou idênticos aos convencionalmente usados na indústria de transformação de plásticos. Dentre as técnicas de prototipagem rápida mais empregadas para a fabricação direta de moldes de injeção estão a Sinterização Seletiva a Laser (SLS) (RADSTOK, 1999) e a Estereolitografia (SL) (DECELLES e BARRIT, 1997; GOMIDE, 2000).

Já os processos indiretos de fabricação utilizam a prototipagem rápida para a construção de um modelo, que será base para a fabricação final do molde. Obtido o modelo, que pode ser a geometria da peça ou do próprio inserto, é executada uma sequência de etapas posteriores, particular para cada método. Apesar do maior número de etapas envolvidas em relação aos processos diretos, tem-se também um tempo de fabricação mais curto do que o convencional. Entretanto, cada etapa é uma nova fonte de erros do processo, o que pode, por exemplo, diminuir a precisão dimensional da peça injetada. Exemplos de processos indiretos são o vazamento de resina (KAMPHUIS e VANHIEL, 1997), a deposição metálica (RIBEIRO JR, 1999) e a produção de moldes de borracha de silicone (RTV – Silicone Rubber Molds) (AHRENS e VOLPATO, 1998).

Mais recentemente, a disseminação da tecnologia de usinagem com altíssimas velocidades de corte (HSM) possibilitou a viabilidade econômica da fabricação rápida de moldes-protótipo pela usinagem de blocos de resina ou metais leves como alumínio e Zamak (VOLPATO e DERENIEVICKI FILHO, 2006; BARETA *et al.*, 2006).

#### 4.1.1 Estereolitografia (SL)

A estereolitografia proporciona a fabricação de objetos tridimensionais através da fotopolimerização de uma resina pela incidência de luz ultravioleta (UV). Um esquema simplificado do funcionamento do processo pode ser visualizado na figura 4.1, adaptada de RIBEIRO JR (1999): o feixe de laser UV é direcionado por um conjunto de espelhos sobre a superfície da cuba com resina foto-sensível, polimerizando a resina para formar uma camada do objeto em construção. Com a camada formada, a plataforma é baixada, fazendo com que resina líquida cubra a camada recém formada. Uma faca regulariza o nível da camada de resina líquida, e nova camada é formada pela varredura do laser.

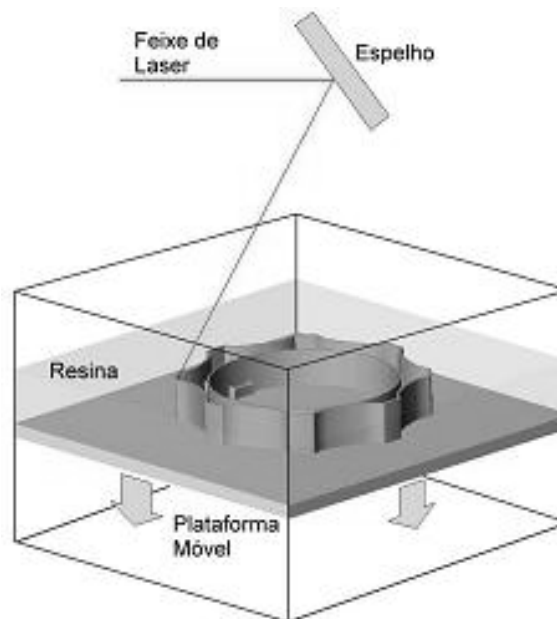
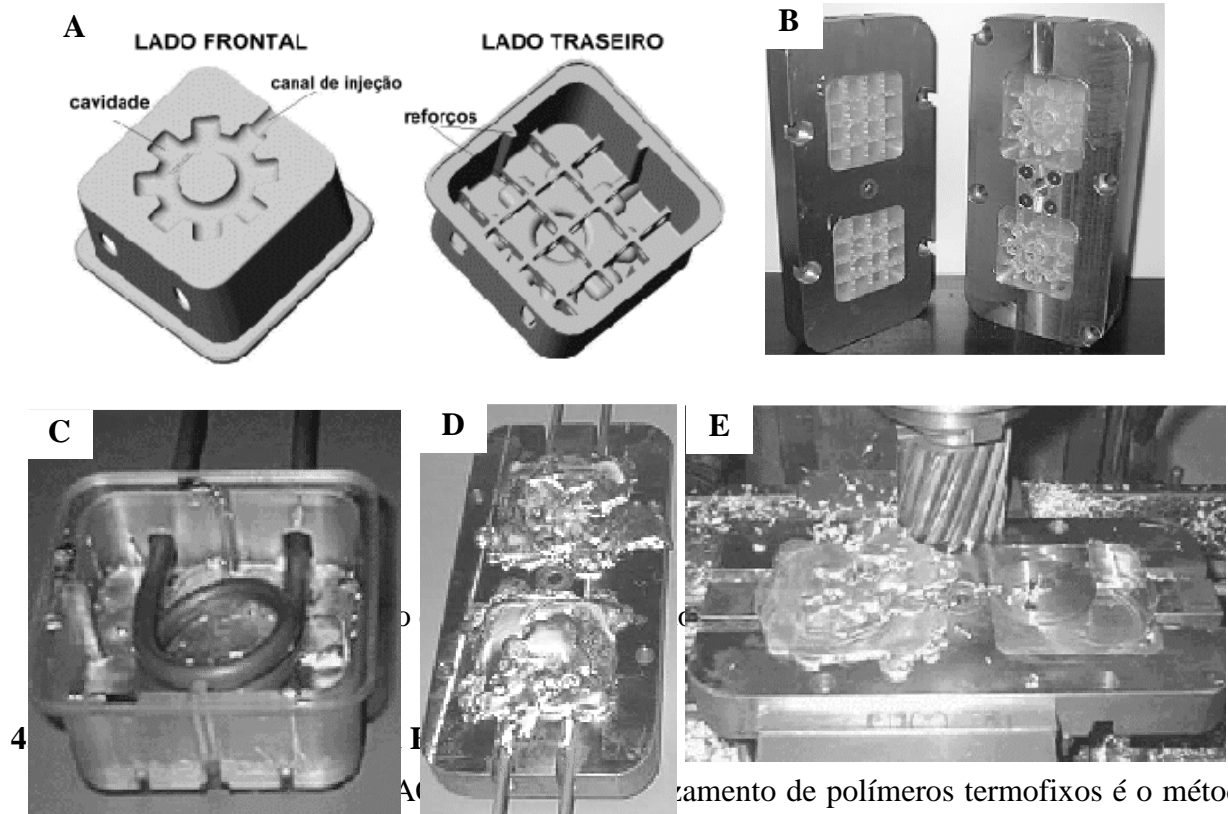


figura 4.1. Esquematisação do processo de estereolitografia. [Adaptado de GOMIDE (2000)].

O processo *Direct AIM<sup>TM</sup>*, desenvolvido pela *3D Systems Inc.* (EUA), consiste na fabricação direta de insertos (cavidades do molde de injeção de plástico) de epóxi por estereolitografia. Existem várias técnicas baseadas no processo *Direct AIM*, entre elas a desenvolvida por DECELLES e BARRITT (1997) e GOMIDE (2000), mostrada na figura 4.2 (adaptada de LENCINA, 2000). Inicialmente, os insertos que formarão a cavidade são produzidos por estereolitografia, segundo um modelo construído em CAD (A). Os insertos são então montados em placas porta-cavidade, previamente usinadas (B). Tubos de cobre para



fluidos refrigerantes são posicionados na sua parte interna (C). Após essa montagem, a parte posterior dos inserts é preenchida com uma liga metálica de baixo ponto de fusão, para reforçar estruturalmente e melhorar o resfriamento da cavidade (D). O faceamento da placa, para remoção do excesso de metal, é a última etapa da fabricação dos inserts (E).



o vazamento de polímeros termofixos é o método mais difundido para fabricação rápida de moldes de rigidez intermediária, ou seja, ferramentas que suportam um número de ciclos inferior aos de moldes metálicos de produção, mas mais resistentes que os de material mole, como os moldes de borracha de silicone. Isso é justificado porque, na comparação com outros métodos de fabricação de inserts RRT, o vazamento de resina proporciona a obtenção de moldes de maior porte a custos relativamente baixos. Além disso os moldes obtidos por vazamento de resina possuem uma durabilidade típica de centenas de ciclos, mesmo para geometrias razoavelmente complexas e precisas, como as de componentes de interiores de veículos e carcaças de equipamentos industriais (DUSEL *et al.*, 1998) ou tampas frontais de celulares (figura 4.3, adaptada de CHEAH *et al.*, 2002).

Por outro lado, o vazamento de resina exige um maior volume de trabalho manual, o que costuma implicar perda de precisão e aumento do tempo de fabricação (DUSEL *et al.*, 1998). Segundo WOHLERS (2002), as propriedades mecânicas das peças injetadas em moldes produzidos por vazamento de resinas epoxídicas (moldes VRE) se aproximam daquelas obtidas em moldes convencionais, apresentando resultados satisfatórios na produção de componentes de baixa a média complexidade geométrica. Como exemplo típico do emprego dos moldes VRE, a

figura 4.3 mostra o par de insertos que compõem a cavidade para injeção de tampa frontal de um telefone celular.



figura 4.3. Insertos VRE para injeção de tampa frontal de telefone celular. [Adaptado de CHEAH (2002)].

A figura 4.4 ilustra a fabricação de insertos do tipo macho e fêmea, conforme descrito por SABINO NETTO (2005). Inicialmente, posiciona-se um modelo, geralmente obtido por processos de prototipagem rápida, sobre uma base, cuja forma corresponderá à superfície de fechamento do molde. Em seguida, sobre a mesma base, é fixada uma moldura de dimensões correspondentes ao bolsão do porta-molde onde o inserto será montado. As superfícies do modelo, da base e da moldura que entrarão em contato com a resina devem ser recobertas com agente desmoldante, dadas as propriedades adesivas do epóxi. Sob vácuo, para minimizar a presença de bolhas no material, a resina epoxídica é misturada com o agente de cura em proporção estequiométrica adequada e imediata e cuidadosamente vazada sobre o modelo. Após o tempo de cura da resina (em torno de 24 horas), a moldura é invertida e a base é removida. Monta-se, então, uma nova moldura e despeja-se a resina sobre o espaço vazio. Terminado o processo de cura do segundo lado, o molde é aberto e o modelo é retirado do seu interior. Dependendo da formulação da resina empregada pode ser necessária uma etapa de pós-cura térmica para completar a cura da resina e desta maneira, aumentar a resistência mecânica do material (BARROS, 2002).

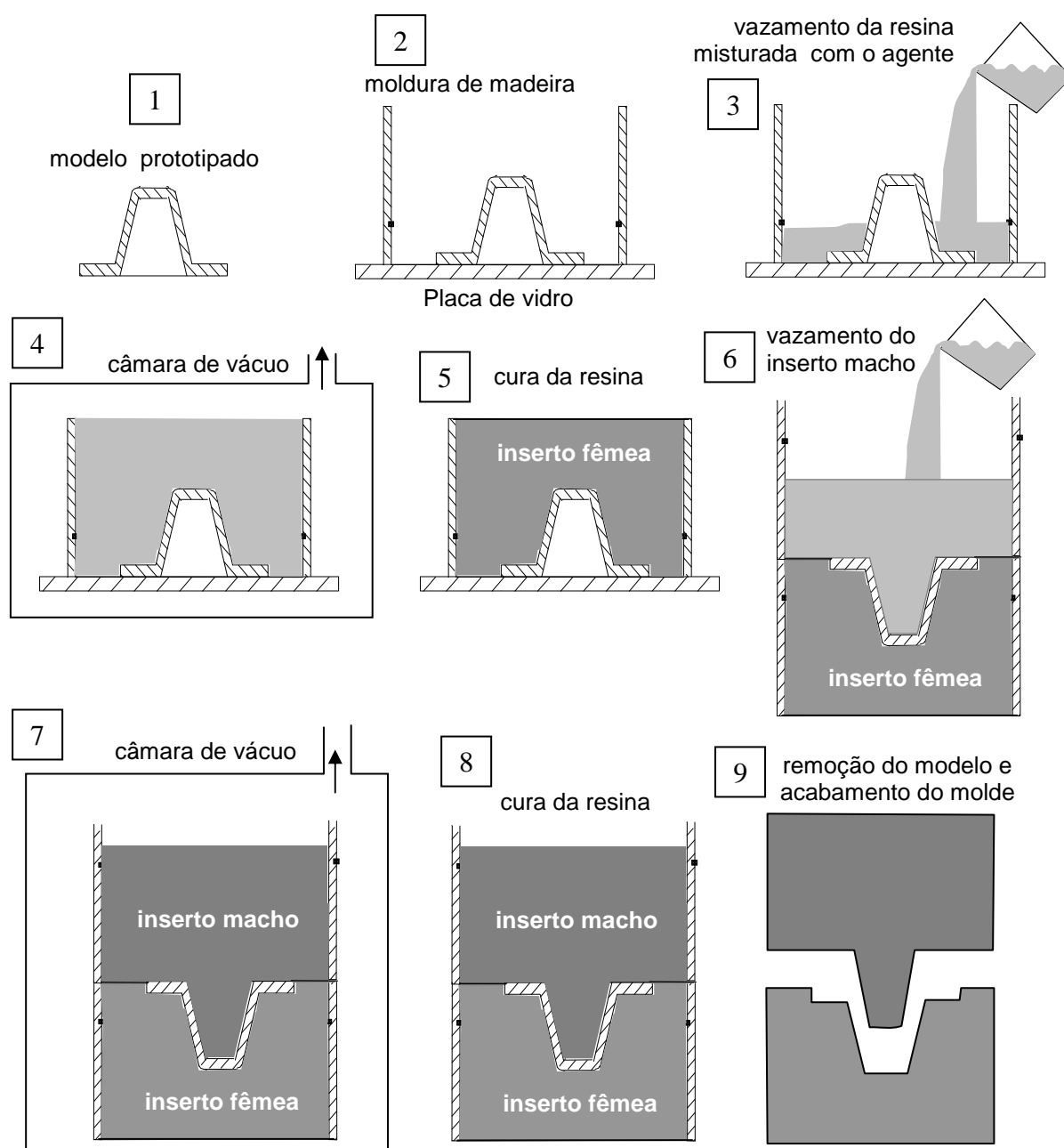


figura 4.4. Ilustração das etapas de fabricação de moldes de injeção por vazamento de resina.

## 4.2 Estado da arte

A literatura da área de moldes RRT para injeção de plásticos explora, basicamente, três métodos de fabricação de ferramentas: os moldes fabricados diretamente por estereolitografia (moldes SL) e por modelagem por fusão e deposição (moldes FDM) (FOGGIATTO, 2005) e os moldes fabricados indiretamente por vazamento de resinas epoxídicas (moldes VR). Por ter sido a estereolitografia a técnica pioneira e mais difundida na área de prototipagem rápida, a grande maioria dos trabalhos publicados até o início dos anos 2000 examina apenas os moldes SL e suas diversas alternativas de fabricação. Contudo, a problemática do emprego de outros tipos de

moldes RRT é muito semelhante, especialmente no que diz respeito às propriedades das peças injetadas (LANGEN e MICHAELI, 1997).

Os trabalhos publicados sobre moldes RRT avaliam a problemática do processo sob quatro enfoques principais: 1) estudos dos tipos e causas de falha dos moldes, abordando aspectos de projeto, fabricação e moldagem na durabilidade da ferramenta; 2) avaliação da eficiência térmica dos moldes e propostas de melhoria, uma vez que a baixa condutividade térmica das resinas é apontada como forte limitação do processo; 3) influência das características dos moldes nas propriedades das peças injetadas, comparando-as com as produzidas em moldes metálicos; 4) possibilidades de aplicação industrial dos moldes RT.

#### 4.2.1 Estudo dos tipos e das causas de falha dos moldes

Moldes de injeção estão sujeitos a esforços mecânicos nas etapas de fechamento e extração, e a esforços termomecânicos durante preenchimento, recalque e resfriamento. Moldes RRT são submetidos a esforços semelhantes, mas, em função de sua menor resistência, os efeitos negativos das cargas desenvolvidas durante o ciclo de injeção são maiores, levando o inserto a falhar de formas pouco comuns ao moldes convencionais. Embora afirme que não exista um consenso entre os pesquisadores da área, RIBEIRO JR (2003) classificou os tipos de falhas em moldes SL em quatro categorias, detalhadas na tabela 4.2: a) ruptura generalizada do inserto, b) ruptura de *features*, c) ruptura localizada da camada superficial do inserto e d) falhas por amassamento. Os recentes trabalhos de YAÑEZ (2005) e FOGGIATTO (2005) mostram que essa classificação pode ser aplicada a outros tipos de moldes RT, como os moldes produzidos por, respectivamente, VRE e FDM.

Conforme descrito a seguir, os tipos de falha mais investigados têm sido a ruptura de *features*<sup>1</sup> por tração durante a extração ou pela diferença de pressão durante o preenchimento.

CEDORGE *et al.* (1999) avaliaram as tendências dos efeitos de diversos parâmetros de projeto de *features* (razão de altura, razão de aspecto e ângulo de saída) e fabricação (espessura da camada construtiva, tempo e temperatura de pós cura em forno) na durabilidade de moldes SL em casca, com enfoque sobre as forças de extração. CEDORGE e COLTON (2000) investigaram as interações entre parâmetros de projeto e os parâmetros de construção por SL, bem como suas influências nas forças de extração. HARRIS e DICKENS (2001) complementam a análise, mostrando que existem valores ótimos para uma solução de compromisso entre força de extração e tempo de construção do inserto.

---

<sup>1</sup> Elemento geométrico que compõe a cavidade do molde, projetado para simular o comportamento de protruções, rebaixos, nervuras, torres, furos cegos, elementos de encaixe elástico, etc...durante o processo de injeção.

tabela 4.2. Classificação dos tipos de falha em insertos de estereolitografia [Adaptado de RIBEIRO JR. (2003)].

Categoria de falhas	causas prováveis	fatores favoráveis à falha
<b>Ruptura generalizada do inserto</b>	força de fechamento excessiva	<ul style="list-style-type: none"> <li>montagem irregular do inserto no porta molde</li> <li>falta de planicidade e paralelismo das superfícies de fechamento</li> </ul>
	combinação entre força de fechamento e expansão térmica do molde	<ul style="list-style-type: none"> <li>alta temperatura</li> </ul>
<b>Ruptura de <i>features</i></b>	pressão de injeção alta causa diferença de pressão entre os dois lados de uma <i>feature</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>alta temperatura</li> <li><i>features</i> com pequenas razões de aspecto e grandes razões de altura</li> </ul>
	força de extração supera resistência mecânica do molde	<ul style="list-style-type: none"> <li>alta temperatura</li> <li>alto tempo de resfriamento</li> <li>alta rugosidade do molde</li> <li>expansão térmica do molde</li> <li>desequilíbrio de forças na extração</li> </ul>
	força de fechamento excessiva	<ul style="list-style-type: none"> <li>linha de partição mal projetada, provocando interferência de geometrias com a expansão térmica</li> </ul>
<b>Ruptura localizada da superfície do inserto</b>	adesão do polímero injetado à resina SL que forma a cavidade ou ação abrasiva do polímero	<ul style="list-style-type: none"> <li>alta temperatura</li> <li>compatibilidade química entre material do molde e polímero</li> <li>rugosidade das superfícies moldantes</li> </ul>
<b>Amassamento da parede do inserto</b>	pressão excessiva na cavidade	<ul style="list-style-type: none"> <li>alta temperatura</li> </ul>

A influência do tempo de resfriamento nas forças de extração foi investigada por HOPKINSON e DICKENS (2000) e HARRIS e DICKENS (2001) que, contrariando as primeiras recomendações para moldes SL (DECELLES e BARRIT, 1996), verificaram ser vantajoso extrair a peça o mais cedo possível. Segundo os autores, quanto menor o tempo de resfriamento, menor é contração do material injetado sobre as *features* do molde. Além disso, com o molde ainda aquecido, as forças de extração diminuem em decorrência da maior elasticidade da superfície. Contudo, os referidos autores não fizeram considerações sobre os efeitos de uma extração prematura sobre distorções, empenamento e contração superior à prevista.

CEDORGE *et al.* (1999) observaram que a temperatura do molde sobe continuamente por cerca de 10 ciclos e estabiliza-se em um patamar considerado muito alto. Assim, os autores recomendam que, antes do início do ciclo seguinte, o molde seja resfriado a 20 °C abaixo da temperatura de distorção térmica da resina curada. HOPKINSON e DICKENS (2000) sugeriram que, dessa forma, a produção seria limitada pelo tempo de ciclo, não pela falha por arrancamento. Contudo, os estudos de PALMER e COLTON (1999) mostraram que a falha pode ocorrer por mecanismos de fadiga após um certo número de ciclos.

CEDORGE *et al.* (1999) verificaram que as falhas por flexão ocorreram apenas em *features* próximas da entrada, onde a pressão e a velocidade costumam ser mais elevadas. PALMER e COLTON (2000) investigaram os modos de falha em *features* com altas razões de aspecto e altura e ângulos de saída variados. Usando dois moldes com cavidades iguais, mas com entradas diferentes, os autores observaram que um fluxo paralelo à parede lateral das *features* não resultou em falhas durante o preenchimento, aumentando a durabilidade do molde em comparação ao fluxo perpendicular. No primeiro caso, as falhas foram decorrentes do arrancamento, independentemente do ângulo de saída. COLTON *et al.* (2001) reportaram esse tipo de falha durante o resfriamento, pela assimetria de esforços provocada pela contração do material injetado.

Contrastando com a importância até então conferida à temperatura de injeção, RAHMATI e DICKENS (2006) afirmam que essa variável não influencia a ruptura de *features* por esforços de flexão ou cisalhamento durante o preenchimento da cavidade (figura 4.5), uma vez que a baixa condutividade térmica impede o aquecimento do molde até a temperatura de amolecimento da resina em tempos tão curtos.

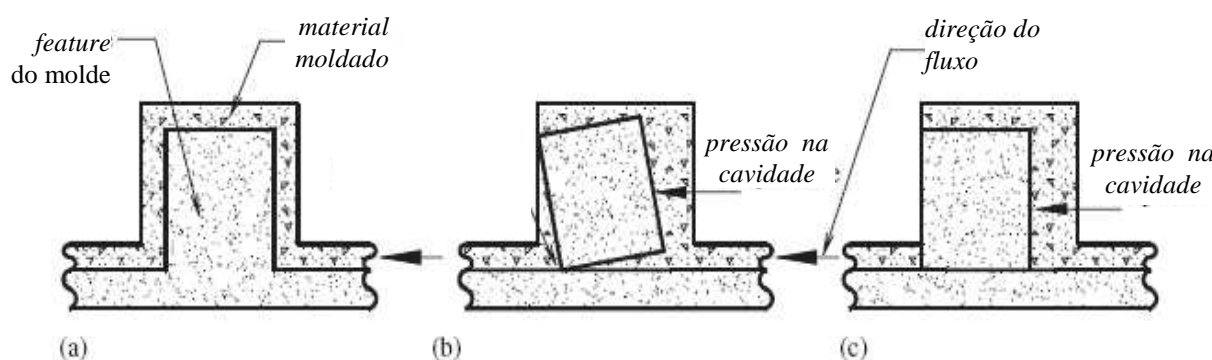


figura 4.5. Ruptura de *features* durante a etapa de preenchimento: a) molde com *feature* do tipo macho com base engastada na cavidade; b) falha por flexão; c) falha por cisalhamento. [Adaptado de RAHMATI E DICKENS (2006)].

JANCZYK *et al.* (1997) mostraram que a pressão na cavidade pode ser causa de falhas menos críticas (sem ruptura) mas que afetam as dimensões da peça injetada em função da flexão temporária ou permanente da cavidade. Injetando em moldes SL, JANCZYK *et al.* (1997), LENCINA (2004) observaram lascamentos na entrada (ponto de injeção) antes do vigésimo ciclo, ao passo que, na cavidade, o mesmo tipo de falha ocorreu após mais de 40 ciclos. Problemática semelhante foi notada em moldes de ABS fabricados por FDM (FOGGIATTO, 2004). SAURKAR *et al.* (1999) e PALMER e COLTON (1999) recomendam o emprego de entradas com a maior seção transversal possível, para reduzir a pressão de preenchimento. RAHMATI e DICKENS (1997), PALMER e COLTON (1999), SAURKAR *et al.* (1999) e RIBEIRO JR. (2003) recomendam que se utilizem os menores valores possíveis para pressões e

velocidades de injeção, sem contudo comprometer a qualidade da peça injetada. Entretanto, DELL'ARCIPRETE *et al.* (1999) verificaram experimentalmente que o benefício de baixar-se a pressão pode ser suplantado pelo efeito do aumento de temperatura do material. DELL'ARCIPRETE *et al.* (1999) ainda mostraram que há um considerável aumento na vida útil dos moldes SL quando a comutação de preenchimento para recalque é feita com base na pressão da cavidade, ao invés da posição do parafuso.

Alguns autores sugerem modelos matemáticos e o emprego de simulação para prever as forças atuantes e a temperatura do molde ao longo do ciclo. HOPKINSON e DICKENS (2000) simplificaram uma equação para previsão de forças de extração em moldes metálicos convencionais e desenvolveram um modelo para análise térmica por elementos finitos (FEA). PALMER e COLTON (2000) modelaram a força de extração considerando também a influência da temperatura na resistência à tração do material do molde. CEDORGE e COLTON (2000) reportam melhores resultados com um modelo que considera a rugosidade e a interferência mecânica decorrente do “efeito escada”, peculiar às técnicas de construção por camadas. O efeito da contração do moldado no cálculo das forças de extração foi combinado a esse modelo por PHAM e COLTON (2002), que usaram FEA para prever a temperatura do molde no momento da extração. Também por meio de análises em *softwares* de simulação do processo de injeção, RIBEIRO JR. (2003) propôs a previsão do tempo de resfriamento do molde entre ciclos, como forma de reduzir o tempo de ajuste do processo e aumentar a vida útil do molde.

#### **4.2.2 Melhoria do desempenho térmico do molde**

DECELLES e BARRIT (1996) fizeram as primeiras tentativas de melhorar a eficiência térmica de moldes de SL, por meio da colocação de tubos de cobre para passagem de água na parte posterior de insertos em casca preenchidos por resinas reativas ou ligas metálicas de baixo ponto de fusão. LANGEN e MICHAELI (1997) observaram que insertos SL resultaram em menor pico de temperatura da parede, mas promoveram menor eficiência térmica e uniformidade de temperatura em relação a moldes indiretamente produzidos por vazamento de resina ou *spray* metálico. SAURKAR *et al.* (1999) compararam a eficiência térmica de insertos de SL com variadas espessuras de casca e materiais de preenchimento, todos com tubos de cobre como canais de resfriamento. LI *et al.* (2000) compararam a eficiência térmica de diversas técnicas de fabricação de insertos, sem canais de resfriamento ou com canais incorporados (formados durante o processo de SL). GOMIDE (2000) estudou o uso de materiais de preenchimento com maior condutividade térmica, enquanto os efeitos do recobrimento da superfície da cavidade com finas camadas metálicas foi investigado por BURNS (1997), LI *et al.* (2000), LENCINA (2004) e FOGGIATTO (2005). AHRENS *et al.* (2001) compararam insertos SL em casca contínua com

insertos cuja casca possui furos (aletas) que permitem o contato entre o material de preenchimento e o plástico injetado. Por meio de CAE, os autores mostraram que as aletas aumentam a eficiência térmica, mas alteram morfologia e estética.

JANCZYK *et al.* (1997) obteve maior eficiência térmica com canais incorporados de seção quadrada, com paredes ranhuradas, e afastados da parede da cavidade por 1,5 vezes o seu diâmetro, mas teorizou que o ideal seria o “canal conformal” (*conformal cooling*), ou seja, aquele que acompanhasse a forma da superfície da cavidade, a pequenas distâncias, proporcionando uniformidade na remoção de calor. SAURKAR *et al.* (1999) e LAFRATTA (2004) comprovaram experimentalmente a maior eficiência térmica e a maior homogeneização da distribuição de temperaturas, mas observaram que os canais de resfriamento incorporados (*conformal cooling*) tornaram o inserto menos resistente. LAFRATTA (2004) propôs o confinamento do fluido de resfriamento em canais conformais durante as etapas de preenchimento e recalque, para que a autopressurização do fluido em resposta à pressão na cavidade agisse como reforço estrutural.

Ao contrário da maioria dos estudos anteriores, onde o resfriamento foi feito com água a temperatura ambiente, FOGGIATTO (2005) estudou o uso de água gelada. Mesmo com a baixíssima condutividade térmica do ABS, material construtivo dos moldes de FDM, houve redução de 45% no tempo de ciclo. O estudo envolveu a avaliação da eficiência da remoção de calor de diferentes configurações de canais de resfriamento, com auxílio de simulação do processo em CAE.

#### **4.2.3 Comparação das propriedades das peças injetadas em moldes metálicos e de resina**

Dentre as publicações com enfoque sobre o desempenho de moldes RRT e seus efeitos sobre as propriedades das peças, praticamente todos se concentram na comparação das propriedades dimensionais e mecânicas, seja entre diferentes técnicas de fabricação, como contra moldes metálicos.

##### **Propriedades mecânicas**

A tabela 4.3 resume os resultados dos trabalhos que compararam propriedades mecânicas de peças injetadas em moldes metálicos e moldes RRT e apresenta o valor percentual da propriedade para peça injetada em molde RT em relação à injetada em metal.

Enquanto JAYANTHI *et al.* (1997) e DAMLE *et al.* (1998) não discutiram seus resultados, muitos dos quais contrários aos demais, POLOSKY *et al.* (1998), DAWSON e MUZZY (1999) e DUSEL *et al.* (1998) atribuíram as diferenças nas propriedades mecânicas das peças basicamente aos efeitos da menor taxa de resfriamento proporcionada pelos moldes não metálicos.



Para os materiais semicristalinos, o resfriamento mais lento aumentou o grau de cristalinidade, tornando as peças menos resistentes ao impacto e mais resistentes à tração (DUSEL *et al.*, 1998; POLOSKY *et al.*, 1998). LANGEN e MICHAELI (1997) verificaram uma menor espessura de camada congelada e um maior tamanho médio dos esferulitos de peças de polipropileno injetadas em moldes SL e VRE, o que também explica os resultados de DUSEL *et al.* (1998) e POLOSKY *et al.* (1998). Era de se esperar que o módulo de elasticidade também aumentasse, mas isso não ocorreu para poliamida 6,6 (PA 6,6). Possivelmente o efeito da maior cristalinidade tenha sido sobreposto pela menor orientação molecular, uma vez que o resfriamento mais lento resulta em menor espessura de camada congelada e maior tempo para relaxação das moléculas do núcleo da peça. Tal explicação foi dada por POLOSKY *et al.* (1998) e DAWSON e MUZZY (1999) para justificar a menor resistência à tração em PA 6,6 e poliestireno sindiotático (sPS), respectivamente.

tabela 4.3. Comparação de propriedades mecânicas entre peças injetadas em moldes metálicos e RRT.

material injetado	molde	autor	tração			flexão		impacto
			resistência escoamento* ruptura **	alongamento (ruptura)	módulo	alongamento (ruptura)	módulo	resistência Izod* dardo**
Semicristalinos	PA	VRE	Dusel <i>et. al.</i> , 1998	125 %*	10 %	126 %	-	-
	PA 6/6	SL	Polosky <i>et. al.</i> , 1998	88 %*	65 %	100 %	-	93,5 %*
	PEAD	SL	Polosky <i>et. al.</i> , 1998	106 %*	29 %	151 %	-	76,5 %*
	PP	SL	Jayanthi <i>et al.</i> , 1997	100 %**	-	-	-	-
	POM	SL	Jayanthi <i>et al.</i> , 1997	100 %**	114,5 %	86 %	-	-
	sPS	VRE	Dawson e Muzzy, 1999	90 %**	85 %	100%	131 %	142 %
	iPP	VRE	Lindner, 2002	110 %*	-	100 %	-	95 %**
	iPP	SL	Salmoria <i>et al.</i> , 2004	100 %*	-	100 %	-	-
	iPP	VRE	Yañez, 2005	100 %*	-	100 %*	-	-
	iPP	FDM	Foggiatto, 2005	100 %*	-	108*	-	-
	POM	SL	Reinert, 2005	90 % *	10 %	-	-	-
Amorfos	aPS	VRE	Dawson e Muzzy, 1999	89 %**	86 %	100 %	124 %	156 %
	PSAI	SL	Polosky <i>et. al.</i> , 1998	94 %*	16 %	135 %	-	65,5 %*
	PC	SL	Polosky <i>et. al.</i> , 1998	102 %*	20 %	140 %	-	126 %*
	PC FV	SL	Polosky <i>et. al.</i> , 1998	111 %*	93 %	125 %	-	113 %*
	ABS	SL	Salmoria <i>et al.</i> , 2004	100 %*	-	100 %	-	-
	PC FV	SL	Damle, 1998	90 %*	-	-	-	90%

O efeito do resfriamento lento na diminuição das tensões residuais (avaliadas por birrefringência) foi considerado influente nos valores de resistência ao impacto encontrados por POLOSKY *et al.* (1998) tanto para o amorfo policarbonato (PC) quanto para o semicristalino PA 6,6. No caso do PC, POLOSKY *et al.* (1998) atribuiu a maior resistência ao impacto à uma orientação molecular adicional, resultado de uma diferente direção de escoamento provocada pelo aparecimento de rebarbas no molde SL. A redução da orientação molecular foi igualmente apontada como causa da menor resistência à tração nos experimentos de DAWSON e MUZZY (1999) com poliestireno atático (aPS) e de POLOSKY *et al.* (1998) com poliestireno de alto impacto (PSAI). As menores tensões residuais resultantes da menor espessura de camada congelada explicam o maior alongamento na flexão verificado por DAWSON e MUZZY (1999) nas peças de aPS e sPS.

O menor alongamento na ruptura verificado por POLOSKY *et al.* (1998) para vários materiais foi relacionado a pequenas diferenças nos parâmetros de processo e no projeto das entradas dos moldes de aço e SL. Além disso, os autores especulam que as peças injetadas em moldes SL resultariam mais sensíveis à vazios e entalhes, em decorrência de modificações no tamanho de defeito intrínseco (*intrinsic flaw size*).

FOGGIATTO (2004) verificou propriedades mecânicas de tração e dureza praticamente iguais para peças de iPP injetadas em aço e moldes de ABS fabricados por FDM. Resultados muito semelhantes foram obtidos por SALMORIA *et al.* (2004) quanto às propriedades de iPP e ABS moldados em moldes SL. O mesmo foi observado por YAÑEZ (2005), na injeção de iPP em moldes VR. Apesar da similaridade de propriedades mecânicas, os três trabalhos relatam um maior grau de cristalinidade (avaliado por difração de raios-X de alto ângulo) no iPP injetado em molde RRT. Para o poliacetal (POM) injetado em moldes SL, REINERT (2005) verificou uma extrema perda da capacidade de alongamento, que foi atribuída à maior cristalinidade e à microestrutura menos refinada que decorrem da baixa taxa de resfriamento.

HARRIS e DICKENS (2003) conseguiram aproximar o grau de cristalinidade de peças de PA 6,6 injetadas em molde SL (desprovido de canais de resfriamento) às produzidas em um molde de alumínio, usando uma temperatura de injeção alguns graus abaixo da temperatura em que a taxa de cristalização é máxima. Dessa forma, diminuiu-se a influência da taxa de resfriamento, variável tida pelos autores como principal responsável pelas diferenças de propriedades mecânicas e dimensionais entre peças injetadas em moldes convencionais e moldes com baixa capacidade de remoção de calor. Com o mesmo objetivo, YAÑEZ (2005) empregou água gelada para resfriar moldes VR à temperatura inicial de 15 °C, mas não verificou diferenças significativas no grau de cristalinidade e nas propriedades mecânicas de tração em relação às peças injetadas com o molde a temperaturas iniciais de 32 e 75°C. Resultados semelhantes

foram obtidos por FOGGIATO (2005), em moldes FDM. Entretanto, em ambos os casos os tempos de ciclo foram consideravelmente reduzidos.

GONÇALVES *et al.* (2006) investigaram a microestrutura de iPP injetado em um molde dito “híbrido”, com um inserto SL montado em uma cavidade usinada em alumínio. A microestrutura do iPP foi afetada pela menor taxa de resfriamento na região do inserto SL, que resultou em esferulitos de maior diâmetro no núcleo da peça, menor espessura de camada congelada e maior percentual de fase  $\beta$ .

Dentre os trabalhos analisados, o mais completo nesta linha foi realizado por LINDNER (2002), que comparou parâmetros morfológicos, orientação molecular e propriedades mecânicas de peças de iPP injetadas em moldes de aço, alumínio fundido e epóxi vazado, sob diferentes temperaturas. De modo geral, as peças injetadas em molde VRE apresentaram maior tamanho médio dos esferulitos do núcleo, o que explicaria um ligeiro aumento na resistência à tração no escoamento e uma pequena diminuição da resistência ao impacto. Pelo mesmo motivo, a resistência à tração aumentou com a temperatura do molde, para ambos os tipos de ferramenta. O módulo de elasticidade, por sua vez, não variou com a temperatura do molde de epóxi. A temperatura do molde VRE pouco influenciou a orientação molecular, mas as peças injetadas em aço mostraram diferenças nos padrões de birrefringência, indicando que o nível e a posição do pico de orientação molecular são dependentes das condições de transferência de calor até certo ponto.

Quanto à espessura da camada congelada, LINDNER (2002) relatou resultados inesperados: as peças produzidas em molde VRE a 40 °C apresentaram camada congelada cerca de 20% mais espessas do que as produzidas em aço. Contudo, o autor afirma ter utilizado velocidades de injeção diferentes, na tentativa de otimizar o processo com o auxílio de simulações via CAE. Além disso, as conclusões gerais do autor quanto às relações entre as propriedades mecânicas e a espessura da camada congelada não foram claramente justificadas com base na comparação específica das moldagens em aço e epóxi, embora fossem coerentes com os resultados para outros tipos de ferramentas.

### **Estabilidade dimensional**

Os estudos de JAYANTHI *et al.* (1997), POLOSKY *et al.* (1998), DAMLE *et al.* (1998), LI *et al.* (2000) e HARRIS e DICKENS (2003) mostram que a contração dos polímeros semicristalinos - PEAD, POM, PP e PA 6,6 - injetados em moldes não metálicos é maior do que nos moldes metálicos, justificando-a em decorrência do maior grau de cristalinidade causado pelas menores taxas de resfriamento. LI *et al.* (2000), contudo, consideraram que moldes de SL são capazes de produzir peças com boa precisão dimensional, para tolerâncias não inferiores a

+/- 0,4 %. HARRIS e DICKENS (2003) advertem que as medidas de contração devem ser compensadas pelo valor de dilatação térmica da molde.

Para polímeros amorfos (blenda PC/ABS e ABS), JANCZYK *et al.* (1997) e HARRIS E DICKENS (2003) verificaram que a contração praticamente não foi afetada pelas diferentes taxas de resfriamento em moldes de SL e metal. Resultados contrários foram obtidos por POLOSKY *et al.* (1998), PARADIS *et al.* (1998) e BUSATO (2004). Enquanto a contração e o empenamento significativamente mais altos das peças de ABS injetadas em insertos RRT não foi explicada por PARADIS *et al.* (1998), POLOSKY *et al.* (1998) atribuiu os resultados em PC, PC FV (policarbonato com carga de fibra-de-vidro) e PSAl, a pequenas variações geométricas nas cavidades de SL e aço e diferenças no projeto das entradas (assim como especula BUSATO, 2004), à formação de rebarbas no molde RT e a diferenças nos parâmetros de moldagem. CHEAH *et al.* (2002) injetaram ABS e PC/ABS em moldes VRE e verificaram diferenças de no máximo 3% em relação às dimensões nominais de projeto. MASOOD e SONG (2004), usando moldes FDM construídos com um compósito de náilon e ferro, obtiveram peças de ABS e PEBD com variação dimensional da espessura e diâmetro da faixa de +/- 0,05 mm, geralmente considerada como aceitável na moldagem por injeção.

Em continuação ao trabalho de LI *et al.* (2000), que verificaram maiores empenamentos e distorções em peças de PP injetadas em moldes SL do que em alumínio, ALURU *et al.* (2001) desenvolveram uma abordagem mais precisa para previsão de deformações. Utilizando dois aplicativos CAE com diferentes algoritmos, os autores executaram uma sequência combinada de análises de pressão e temperatura durante a injeção, análise da deformação do molde na injeção e nova análise do processo de injeção.

#### **4.2.4 Campo de aplicação dos moldes de fabricação rápida em resina**

Protótipos podem ser usados para diversos fins e em diferentes etapas do processo de desenvolvimento do produto, exigindo características apenas estéticas, parcialmente funcionais, plenamente funcionais ou necessitando da reprodução integral do produto final. Em relação às propriedades mecânicas, DUSEL *et al.* (1998) afirmam que se o protótipo deve ser idêntico, então deve ser injetado em metal. HARRIS e DICKENS (2003) recomendam o emprego de plásticos amorfos em preferência aos semicristalinos, pois suas propriedades são menos dependentes da taxa de resfriamento e os resultados seriam peças com propriedades mais próximas das injetadas em aço.

LI *et al.* (2000) concordam com a posição de DUSEL *et al.* (1998), mas apontam três finalidades potenciais para moldes RRT: 1) protótipos e peças finais com baixo volume de

produção; 2) peças com propriedades mecânicas dependentes de resfriamento lento; 3) ajuste ou otimização dos parâmetros de injeção antes da construção do molde definitivo.

HOPKINSON e DICKENS (2000) também sustentam que os moldes de resina podem ser usados com sucesso quando se pode tirar proveito da baixa condutividade térmica. Exemplificando essas considerações, HARRIS (2002) injetou, com relativo sucesso, poliéter-éter-cetona (PEEK), um material que necessita de resfriamento lento para obtenção das propriedades ideais. Os insertos SL eliminaram os custos de aquecimento dos moldes de aço à temperatura de 200°C e reduziram a pressão de injeção de 650 para 30 bar.

Pela menor exigência de pressões de injeção, HOPKINSON e DICKENS (2000) acreditam que um novo campo de aplicação seria aberto com o emprego de moldes SL na moldagem de peças com caminho de fluxo longo em injetoras de relativo pequeno porte, o que seria uma grande vantagem do ponto de vista econômico do desenvolvimento de produtos.

Finalmente, os moldes RRT para moldagem por injeção têm sido investigados praticamente apenas no processamento de termoplásticos em moldes de duas placas. Fora desse contexto, destacam-se os trabalhos de HEMRICK *et al.* (2001) e BEAL (2002), que usaram moldes SL na injeção de pó metálico, FERREIRA e VANDRESEN (2000), que os avaliaram no processo de injeção com núcleo perdido, e FRICK *et al.* (2005), que propôs os moldes SL para a microinjeção de peças de POM e PBT com dimensões da ordem de 10 mm.

Nada foi encontrado sobre o emprego de moldes RRT de maior complexidade, a exemplo dos moldes de três placas, moldes com gavetas e moldes de câmara quente. O mesmo raciocínio é válido para processos com crescente emprego industrial, como a injeção auxiliada por gás, a injeção-compressão e as variadas técnicas de injeção de multicomponentes.

#### 4.3 Análise do estado da arte

A seção anterior mostrou a preocupação dos pesquisadores quanto à durabilidade dos moldes RRT e que seu estágio de desenvolvimento ainda não permitiu o estabelecimento e disseminação de padrões tecnológicos de projeto, fabricação e uso semelhantes aos quais se baseia a indústria da injeção em moldes convencionais.

Como exemplo sintomático, cita-se um trecho de PALMER e COLTON (1999): “para injeção de PS, o ângulo de saída deve ter mais de 4° quando se deseja mais de 25 peças, mas outros estudos são necessários para estabelecer relação entre ângulo e número de peças até a falha. De forma recorrente na literatura, essa recomendação baseou-se em apenas um tipo de material do molde, uma técnica de fabricação e uma forma de *feature*”.

Além disso, dado o efeito da temperatura sobre a resistência mecânica das resinas construtivas e a peculiaridade dos picos e distribuições de temperatura em cada caso, esse tipo de

regra pode não ser útil para outros projetos. Justifica-se, portanto, a importância que vêm sendo dada aos modelos matemáticos e análises em CAE.

Embora os altos tempos de ciclo sejam vistos como uma limitação, a busca por soluções que melhorem o desempenho térmico dos moldes tem visado prioritariamente o aumento da vida útil dos moldes RRT, deixando em segundo plano a investigação dos efeitos do resfriamento sobre as propriedades do moldado.

A propósito de propriedades, os estudos que comparam a qualidade das peças injetadas em moldes RRT com as injetadas em moldes convencionais concentram-se em tolerâncias dimensionais e propriedades mecânicas. Outros requisitos de importância comercial como brilho, transparência, resistência química, resistência ao envelhecimento ou mesmo alguns dos principais defeitos em peças injetadas, como linhas de solda, bolhas e rechupes, praticamente ainda não foram investigados.

Sobre as propriedades mecânicas, vários trabalhos revelaram resultados discrepantes e/ou tendências contraditórias. Uma característica comum observada na maioria desses trabalhos foi a falta de uma investigação sistemática da morfologia, como forma de se construir uma ponte entre os resultados dos ensaios mecânicos e o processamento nesses moldes de baixa capacidade de remoção de calor. Há uma coerência de resultados nos trabalhos sequencialmente produzidos no laboratório CIMJECT, que apontam valores semelhantes de resistência à tração e módulo de elasticidade entre moldados em moldes RRT e aço, mesmo com diferenças estruturais caracterizadas por difração de raios-X. No entanto, os efeitos dos parâmetros de injeção nas características estruturais e mecânicas foram pouco explorados.

Em resumo, ainda são plenamente verdadeiras as conclusões de SEGAL E CAMPBELL (2001): “as diferentes técnicas de fabricação de insertos, polímeros injetados e geometrias de cavidade empregados dificultam a correlação dos resultados dos trabalhos. Existe muito a ser investigado e conhecido sobre a influência dos parâmetros de processo nas propriedades das peças injetadas em moldes de resina epoxídica”.

Com base nas informações sintetizadas na seção anterior e nessa primeira análise geral, sugere-se três tópicos de discussão e análise mais aprofundada para a continuidade do desenvolvimento da moldagem por injeção em moldes RRT:

- projeto do molde;
- preparação do processo de injeção;
- parâmetros de moldagem.

Naturalmente, o desenvolvimento tecnológico dos materiais e métodos de fabricação na direção da eficiência térmica e da durabilidades dos moldes continua sendo de vital importância

para a área de fabricação rápida. Contudo, dada a concentração da literatura nestes temas, eles não mais serão abordados diretamente neste trabalho.

#### **4.3.1 Projeto do Molde**

A maioria dos trabalhos revisados apoiou-se em análises em aplicativos CAE para dimensionar e posicionar os componentes dos sistemas de resfriamento, estabelecer a localização de termopares para monitoração ou prever a distribuição de temperaturas e o tempo mínimo de resfriamento. Mas, enquanto o sistema de resfriamento do molde é tema de discussão freqüente, pouca importância foi dada até o momento para o projeto de outros sistemas do molde. Sobre o sistema de saída de ar da cavidade, por exemplo, nenhuma informação a respeito foi encontrada na literatura revisada.

Embora POLOSKY *et al.* (1998) tenha recomendado a investigação da otimização do projeto do sistema de alimentação, em virtude de sua influência nos parâmetros de processo e na durabilidade do molde, poucos trabalhos fazem referências ao tema. LAFRATTA (2004) resume a discussão ao afirmar não haver um consenso quanto ao dimensionamento ideal da entrada sob o ponto de vista do balanceamento entre resistência mecânica e tempo de congelamento. LAFRATTA (2004) ainda sugere o estudo de insertos híbridos, com a cavidade em SL e o sistema de alimentação fabricado em um material mais resistente.

Os pesquisadores reconhecem a importância das análises numéricas para o projeto dos sistemas de alimentação, resfriamento e extração, bem como da própria cavidade, além do auxílio à determinação de parâmetros de processo. Entretanto, como os sistemas CAE comerciais são voltados à injeção em moldes de aço, tem sido necessário realizar adaptações e simplificações nos modelos, condições de contorno e parâmetros de entrada. Assim, acredita-se que seja preciso maior investigação e desenvolvimento para que o emprego de CAE no projeto de moldes RRT tenha o mesmo grau de confiabilidade do que no projeto de moldes de aço.

#### **4.3.2 Preparação do Processo de Injeção**

Boa parte dos parâmetros operacionais podem ser previstos com auxílio de simulação em CAE ou por recomendações da literatura, mas o ajuste fino por “tentativa e erro” diretamente na máquina injetora é uma etapa intrínseca ao processo. É normal que algumas dezenas de ciclos de ajuste do programa sejam executados até que a primeira peça válida (dentro das especificações) seja produzida. Porém, no contexto de moldes sensíveis, como os produzidos por estereolitografia, o número de ciclos “perdidos” deve ser minimizado. Tanto na literatura quanto na indústria se encontram procedimentos de preparação de máquinas, mas voltados aos moldes convencionais. Usando um procedimento do gênero, BUSATO (2004) precisou de 50 ciclos até

conseguir a primeira peça válida num molde SL e classificou a forma de obtenção da pressão de injeção como inadequada, por não ser orientada à proteção da integridade de moldes de resina.

Portanto, parece evidente que análises da simulação do processo em CAE seriam de extraordinária importância para estimar-se valores mais próximos dos finais, deixando que apenas o ajuste fino do processo fosse executado na injetora e, com isso, diminuindo o número de ciclos perdidos. Mesmo tendo HOPKINSON E DICKENS (2000) e BUSATO (2004) apontado algumas dificuldades e maus resultados, uma vez que os aplicativos comerciais são voltados para moldes convencionais, vários autores confirmam que as simulações podem ser satisfatórias na previsão dos parâmetros de processo para moldes SL. LI *et al.* (2000), DELL'ARCIPRETE *et al.* (1999), BUSATO (2004) e LAFRATTA (2004) corroboram essa opinião, relatando pressões de injeção e temperaturas de molde previstas em CAE com discrepâncias inferiores a 20 % em relação às observadas experimentalmente.

#### 4.3.3 Parâmetros de Moldagem

HOPKINSON E DICKENS (2000) explicitam uma idéia deixada nas entrelinhas em outros trabalhos: *o sucesso das aplicações dos moldes de SL dependem do emprego de parâmetros de processo específicos*. LI *et al.* (2000) sugerem que o conjunto de valores para os parâmetros de moldagem em insertos SL é consideravelmente diferente do que o usado para obter peças consistentes em moldes convencionais. LINDNER (2002) sustenta que é possível adaptar os parâmetros de processo para aproximar as propriedades das peças injetadas em moldes prototipados às propriedades comumente obtidas via moldes metálicos.

Os aspectos mais estudados até o momento são as influências da taxa de resfriamento no tempo de ciclo, nas forças de extração e nas propriedades dimensionais e mecânicas. Porém, poucos foram os trabalhos que abordaram direta e claramente a influência de parâmetros como velocidade de escoamento e pressão de recalque. Além disso, a forma de relatar os parâmetros de moldagem usados nos experimentos dificulta análises comparativas. Muitos autores informaram pressões e velocidades expressas em percentuais dos limites máximos das injetoras e não os valores reais de pressão na cavidade ou, pelo menos, de pressão na ponta do parafuso. Da mesma forma, em praticamente todos os trabalhos citados, a temperatura informada foi a da seção dianteira do canhão da injetora, não a temperatura real do polímero injetado.

O estudo dos parâmetros de processo é fundamental para se avaliar a viabilidade do emprego dos moldes RRT, não apenas para obtenção de protótipos ou lotes-piloto, mas como alternativa tecnológica à obtenção de peças com processamento complexo, como peças injetadas em plásticos de engenharia com restrições de processamento em moldes de alta condutividade térmica ou artigos com paredes finas



No sentido de explicitar as necessidades de investigação, fazem-se, a seguir, análises pontuais de parâmetros-chave para o processo de injeção em moldes RRT.

### **Pressão na Cavidade**

É unânime a opinião de que se deve minimizar a pressão desenvolvida contra as paredes da cavidade de moldes sensíveis como insertos SL e VRE. Nesse sentido, RAHMATI e DICKENS (1997), PALMER e COLTON (1999), HOPKINSON e DICKENS (2000) e HARRIS e DICKENS (2001) preferiram eliminar a etapa de recalque. Por outro lado, o recalque é importante para a obtenção de peças sem rechupes ou vazios e com propriedades mecânicas e dimensionais semelhantes às obtidas em moldes convencionais. Além disso, o excesso de contração decorrente da menor compactação do material, favorece o aumento da força de extração e, com isso, a falha dos moldes sensíveis.

Em função desses aspectos, JANCZYK *et al.* (1997), POLOSKY *et al.* (1998), PALMER e COLTON (2000), AHRENS *et al.* (2001), HARRIS e DICKENS (2003), RIBEIRO JR. (2003), LAFRATTA (2004) e BUSATO (2004) programaram pressões de recalque ao término da etapa de preenchimento. Notou-se grandes discrepâncias entre os valores de pressão e tempo de recalque usados em cada trabalho, mesmo para peças com semelhantes espessuras de parede. A programação desses parâmetros varia conforme a geometria da peça, a espessura da entrada e as demais condições de processamento, mas poucos autores discutem ou explicam os valores adotados. As poucas referências apontam tabelas de fornecedores de termoplásticos, simulação em CAE e procedimentos de “tentativa e erro”.

### **Velocidade de escoamento**

De modo geral, velocidades baixas de avanço do parafuso foram usadas ou sugeridas nos trabalhos revisados. HOPKINSON e DICKENS (2000) e RIBEIRO JR. (2003) afirmam que o uso de velocidades menores em relação às usadas em moldes convencionais, para preservar a integridade do molde, é favorecido pela baixa condutividade térmica dos insertos de SL. Porém, a partir de resultados experimentais, DELL'ARCIPRETE *et al.* (1999) recomendam preencher a cavidade rapidamente para evitar a falha de *features* por flexão. O resultado se deve, em tese, à relação da mínima pressão necessária ao preenchimento com uma velocidade ótima de escoamento, pois se para aumentar a vazão de injeção é preciso maior pressão, o aumento da viscosidade do material a velocidades baixas igualmente exige maior pressão. Entretanto, esse comportamento, que justifica a recomendação de velocidades “médias” por BUSATO (2004), foi pouco explorado pelos trabalhos em moldes SL.

Portanto, a carência de estudos a respeito da velocidade de escoamento sobre o processo de injeção em moldes de fabricação rápida sensíveis, conduz a duas necessidades de pesquisa: 1)

a definição de recomendações mais precisas para a programação da velocidade de injeção em função da vida-útil do molde; 2) a caracterização dos efeitos da velocidade de escoamento sobre a orientação molecular e a microestrutura dos materiais injetados em moldes RRT.

### **Temperatura de injeção e taxa de resfriamento**

A proposta de HARRIS e DICKENS (2003) sobre injetar o polímero a temperaturas mais baixas, como uma forma de controlar a morfologia, também age em favor de proteção do molde SL contra os efeitos do calor sobre sua resistência mecânica. Porém, recomendações desse gênero precisam ser avaliadas no processamento de outros polímeros e dentro de outros contextos, como dão a entender as microestruturas indesejáveis obtidas por LAFRATTA (2004) na injeção de PP a 170 °C (mínimo recomendado) e o aumento da pressão de preenchimento associado à diminuição da viscosidade, como observou LAFRATTA (2004) na injeção de ABS em moldes SL.

A distribuição de temperatura do material (e do molde) pela cavidade ao longo do tempo é um parâmetro importante, tanto para o controle das propriedades afetadas pela morfologia das regiões cristalinas do polímero injetado quanto para a durabilidade do inserto. Enquanto o aquecimento acima da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) do material construtivo do inserto diminui sua resistência aos esforços desenvolvidos nas etapas de preenchimento e recalque, por outro lado aumenta a elasticidade da sua superfície, diminuindo a força de extração. RIBEIRO JR (2003) mostrou que com modelos matemáticos precisos e de posse de curvas “tensão máxima *versus* temperatura” características do material do inserto, poder-se-ia prever informações importantes para o projeto do molde, como a sua vida útil e o modo pelo qual ele estaria mais propenso à falha, além de auxiliar a definição de parâmetros como pressão de injeção, tempo de recalque, temperatura de injeção e temperatura do molde para reinício de ciclo.

Quanto mais alta a temperaturas de injeção, maior o tempo de ciclo e o tempo de residência do material no cilindro de aquecimento da máquina injetora. Apesar da importância do tempo de residência na degradação do material injetado, esse tema permanece inexplorado pela literatura da área de moldes RT. Uma das raras referências a respeito foi feita por DUSEL *et al.* (1998), que recomendam que o canhão seja “purgado várias vezes durante o processamento”, o que mudaria significativamente a sequência tradicional das etapas do ciclo.

Atento a esse problema, FOGGIATTO (2005) recomendou o resfriamento dos moldes com água gelada, como forma de reduzir o tempo de residência, bem como do tempo total do ciclo. Mas a importância da temperatura do molde RRT nas propriedades das peças foi abordada, praticamente, apenas por LINDNER (2002) e YAÑEZ (2005).

# *Capítulo 5*

## *Tema e objetivos do trabalho*

## **5 TEMA E OBJETIVOS DO TRABALHO**

No capítulo anterior, discutiu-se o estado da arte dos moldes de fabricação rápida em resina para o processo de injeção de termoplásticos. Foi salientado que essa tecnologia tem se difundido em virtude das vantagens de acelerar e flexibilizar o processo de desenvolvimento de produtos e que suas proverbiais limitações são o alto tempo de ciclo e a pequena durabilidade, como decorrências das propriedades mecânicas e térmicas inferiores às dos materiais empregados na fabricação dos moldes convencionais.

Também foi discutido que, justamente em função dessas características, as primeiras linhas de pesquisa na área focaram o aumento da produtividade dos moldes RRT, seja pela melhoria do projeto do sistema de resfriamento dos insertos, seja por regras de projeto baseadas no estudo dos mecanismos de falha termomecânica. Nesse sentido, uma das mais destacadas vertentes de pesquisa se preocupou com a redução das forças de extração por meio de parâmetros de projeto e fabricação dos insertos, mas iniciando a transpor as recomendações também para o processamento, sugerindo que o tempo de resfriamento fosse minimizado.

Portanto, o passo natural da evolução dessa linha de pesquisa seria o estudo dos parâmetros de injeção, buscando-se, por exemplo, compreender se seus efeitos na contração do material injetado na cavidade de um molde RRT diferem quantitativa e qualitativamente daquilo que já é notório no processamento em moldes de aço. No entanto, conforme discutido no capítulo anterior, poucos trabalhos desenvolveram esse tema segundo uma abordagem sistemática e baseada na relação processo-estrutura-propriedades.

### **5.1 Definição do tema**

Com base nas reflexões acima, este trabalho se propõe a investigar a influência das variáveis de controle do processo na estrutura e nas propriedades de peças de paredes espessas e finas de polipropileno isotático injetadas em moldes RRT.

### **5.2 Justificativa do tema**

Pesquisadores concordam que o conjunto ótimo de parâmetros de injeção em moldes RRT deve ser diferente do normalmente usado para moldes convencionais, mas pouco se aprofundam na investigação das influências dos parâmetros de injeção na qualidade da peça injetada nesses moldes e fornecem apenas recomendações genéricas, mais focadas na preservação física da ferramenta. O grande número de publicações recentes<sup>1</sup> sobre a relação

---

<sup>1</sup> Trabalhos a respeito desses temas serão citados ao longo dos capítulos 6 e 7.

processo-estrutura-propriedades no contexto da injeção em moldes metálicos convencionais, reforça a idéia de que essa é a principal lacuna no estado da arte dos moldes RT não metálicos.

Uma parte dos trabalhos que compararam propriedades das peças injetadas em moldes metálicos e RRT discutiram os resultados com certa superficialidade, com pouco embasamento na caracterização estrutural. Em outros trabalhos, as condições de injeção usadas foram específicas ou não exploraram uma janela de processo ampla. Esse panorama foi agravado pelas diferentes formas de projetar e construir os moldes adotadas pelos pesquisadores, bem como pela considerável variedade de termoplásticos estudados, dificultando a comparação de resultados.

Outro aspecto levantado junto à literatura é de que parece haver um consenso sobre o futuro dos moldes RRT estar ligado a aplicações de maior valor agregado e a situações em que sua baixa condutividade térmica possa se tornar vantajosa. Ao mesmo tempo que prolongam o tempo de ciclo e diminuem a resistência mecânica da ferramenta, as baixas propriedades térmicas das resinas poderiam diminuir a pressão necessária ao preenchimento, minimizar tensões residuais e controlar de forma mais adequada o processamento de materiais cuja temperatura de cristalização é alta. Essas características sugerem que os moldes de resina poderiam ser estudados como uma solução alternativa à injeção de termoplásticos de engenharia de processamento complexo e à moldagem de peças de parede fina.

Embora seja um dos assuntos atualmente em destaque na área da injeção em moldes convencionais, como se viu no Capítulo 3, não se encontrou trabalhos sobre a moldagem de paredes finas em moldes RRT. Além disso, há poucas informações quanto à microestrutura das peças de paredes finas, mesmo na literatura sobre injeção em aço.

### **5.3 Objetivos do trabalho**

O objetivo geral do trabalho é investigar o processo de moldagem de polipropileno isotático (iPP) por injeção em moldes de fabricação rápida em resina termofixa epoxídica, concentrando o foco sobre as influências dos parâmetros de injeção sobre a qualidade de peças de paredes espessas e finas, comparativamente ao processamento em moldes de aço. Sendo as propriedades e características da peça função direta da sua estrutura, as peças injetadas em moldes VRE serão comparadas às moldadas em aço em termos da distribuição de camadas estruturais, parâmetros microestruturais e orientação molecular. Explorando uma ampla janela de processo, o trabalho pretende verificar o quanto as relações processo-estrutura-propriedades das peças injetadas em moldes VRE se assemelham ou divergem do processamento convencional, em moldes de aço. Além disso, o trabalho poderá fornecer as primeiras indicações quanto à viabilidade industrial do uso de moldes RRT para a moldagem de peças de paredes finas e avaliar certos aspectos do uso do CAE para a simulação do processamento em moldes VRE.

# *Capítulo 6*

## *Materiais e métodos*

## 6 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo relata o procedimento experimental, apresentando o termoplástico escolhido para o estudo, descrevendo as características de projeto e fabricação dos moldes e seus materiais, bem como a metodologia de planejamento dos experimentos, ensaios de moldagem e procedimentos para caracterização de propriedades.

### 6.1 Justificativa e características do polipropileno selecionado para investigação

O polipropileno isotático foi escolhido para a investigação por:

- ser o termoplástico semicristalino com maior gama de aplicações comerciais; apesar de ser considerado um *commoditie*<sup>1</sup>, é bastante empregado para aplicações de alto valor agregado, como componentes automotivos;
- permitir uma ampla janela de processo e não exigir cuidados especiais como secagem, regulação fina da temperatura do bico de injeção e adesão à resina dos moldes RT;
- já ter sido vastamente abordado pela literatura, incluindo-se um histórico de trabalhos envolvendo moldes RRT no laboratório CIMJECT.

O *grade* Prolen XM6150K tem alto índice de fluidez (MFR = 35 g/10 min), massa molar relativamente baixa ( $M_w = 200.000$  g/mol) e possui carga mineral de tipo e teor não revelados pelo fornecedor. Foi selecionado por ter características reológicas apropriadas à moldagem de peças de paredes finas e por ser um dos poucos materiais nacionais a constar da base de dados do Moldflow (o *software* de simulação do processo de injeção usado no trabalho), o que elimina a tarefa de identificação de um contratipo. O material foi gentilmente cedido pela Polibrasil (atualmente, Suzano Petroquímica). Suas propriedades de interesse para o desenvolvimento do trabalho são apresentadas na tabela 6.1 (SUZANO, 2006), na tabela 6.2 (MOLDFLOW, 2005) e na figura 6.1 (MOLDFLOW, 2005).

---

<sup>1</sup> Termo comumente empregado no setor plástico para designar os polímeros produzidos em larga escala e de uso geral.

tabela 6.1. Propriedades do polipropileno isotático XM6150K (folha de dados do fornecedor).

	Valor	Método ASTM
Índice de Fluidez (230°C / 2,16kg)	35 g/10 min	D-1238L
Densidade (23°C)	0,905 g/cm <sup>3</sup>	D-792A
Resistência a Tração no Escoamento (50 mm/min)	34 MPa	D-638
Alongamento no Escoamento (50 mm/min)	9 %	D-638
Módulo de Flexão (1,3 mm/min)	1450 MPa	D-790
Resistência ao Impacto IZOD a 23°C	25 J/m	D-256A
Dureza Shore D (1 s)	73	D-2240
Temperatura de Deflexão Térmica (HDT) a 0,45 MPa	108 °C	D-648
Temperatura de Amolecimento Vicat (10 N / Taxa A)	154 °C	D-1525

tabela 6.2. Propriedades do iPP XM6150K constantes da base de dados do Moldflow.

		Valor	Método
Condutividade térmica a 210 °C	K	0,16 W/m.°C	<i>Moldflow TC200 apparatus</i>
Calor específico a 210 °C	C <sub>p</sub>	2944 J/kg.°C	ASTM E 1269
densidade a 210 °C	ρ	743 kg/m <sup>3</sup>	não informado
coeficiente de Poisson	ν	0,392	não informado
módulo de elasticidade	E	1340 MPa	não informado
temperatura de cristalização	T <sub>c</sub>	135 °C	ASTM D 3418 (T <sub>c</sub> onset at 10 °C/min)
contração paralela ao fluxo (nominal)	s <sub>  </sub>	1,183 %	<i>Moldflow Shrinkage Testing</i>
contração paralela ao fluxo (max.-min.)	s <sub>  </sub>	0,844- 1,158 %	<i>Moldflow Shrinkage Testing</i>
contração transversal ao fluxo (nominal)	s <sub>⊥</sub>	1,504 %	<i>Moldflow Shrinkage Testing</i>
contração transversal ao fluxo (max.-min.)	s <sub>⊥</sub>	1,428 - 1,859 %	<i>Moldflow Shrinkage Testing</i>



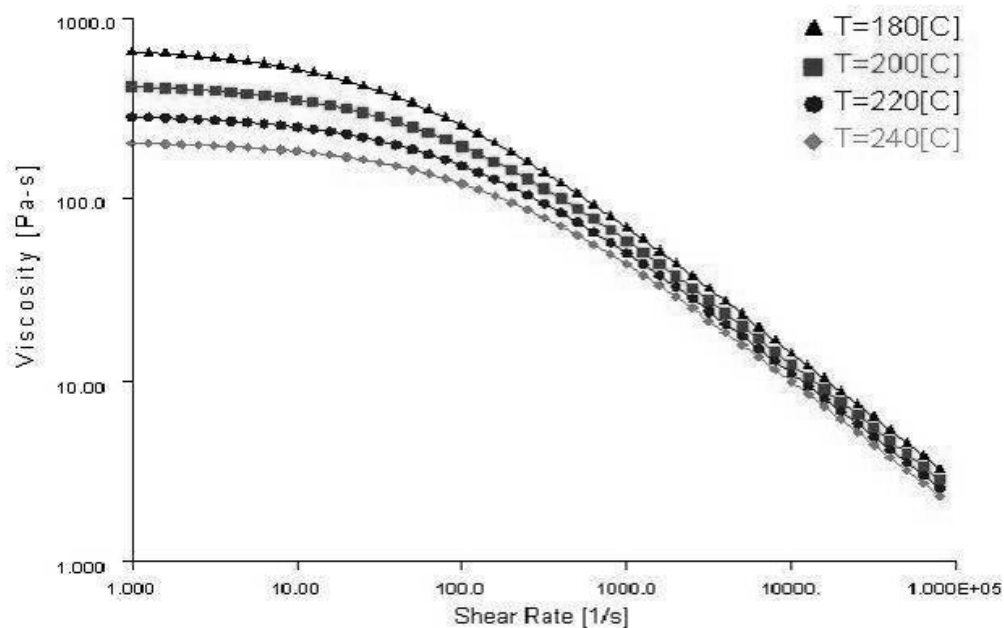


figura 6.1. Viscosidade *versus* taxa de cisalhamento para diferentes temperaturas do iPP XM6150K. [Adaptado da base de dados do Moldflow MPI v.6.0].

## 6.2 Projeto e fabricação dos moldes

### 6.2.1 Moldes para injeção das peças de parede espessa

Uma vez que o laboratório CIMJECT dispunha de um conjunto de insertos de aço (AISI 1045) prontos, a geometria escolhida para o estudo foi o corpo de prova para ensaio de tração tipo IV da norma ASTM D638m. Conforme mostrado pela figura 6.2, a cavidade possui espessura nominal de 3,1 mm e é alimentada por um sistema de canais semicirculares e uma entrada com espessura integral. A cavidade em aço foi usinada no inserto montado na parte móvel do porta-molde, enquanto outro inserto, com face plana, foi montado na parte fixa (figura 6.3). As paredes laterais da cavidade possuem ângulo de saída de 1°. Os insertos são dotados sistema de extração por pinos (dois) e de canais de resfriamento usinados (distanto 20 mm da superfície da cavidade e seguindo a configuração mostrada mais adiante na figura 6.10).

Conforme o procedimento já descrito na seção 4.1.2, os insertos VRE foram fabricados pelo vazamento da resina epoxídica HUNSTSMAN RENCAST 436, que contém carga de aproximadamente 30% de alumínio em pó, sobre um modelo construído por estereolitografia, composto pela cavidade e pelo sistema de alimentação. O modelo foi construído com resina de epóxi-acrilato HUNTSMAN RENSHAPETM SL 5260 na máquina 3D SYSTEM SLA-250/30A disponível no laboratório CIMJECT, e submetido a polimento para remoção do efeito escada em suas laterais (provocado pelo ângulo de saída nominal de 1° necessário à cavidade). Os canais de resfriamento dos insertos são tubos de cobre com diâmetro interno de 4 mm, dobrados segundo

uma disposição semelhante à usada nos insertos de aço. A figura 6.4 mostra os insertos de aço e epóxi (após os ensaios de moldagem).

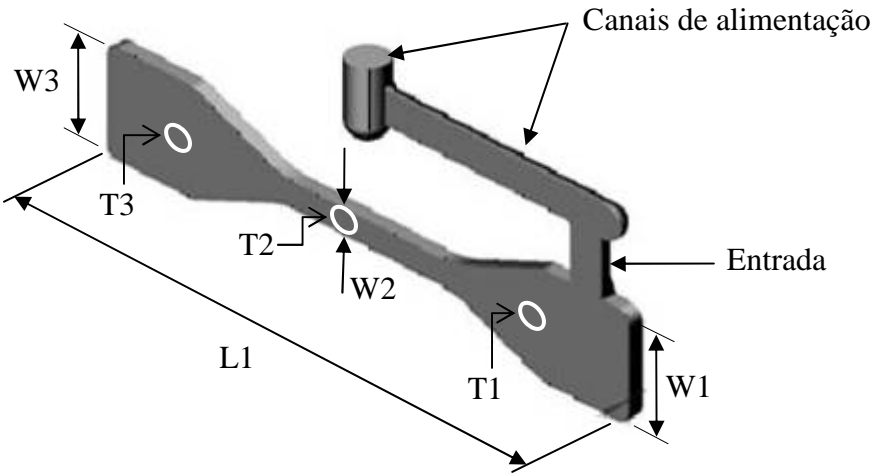


figura 6.2. Modelo da cavidade e sistema de alimentação referente ao corpo de prova de parede espessa. As dimensões reais das cavidades em aço e epóxi são apresentadas na tabela 6.3.

Uma vez prontos, os insertos foram parafusados em calços de aço dotados de abas laterais localizadoras, para montagem nos bolsões do porta-molde. A altura do conjunto calço-inserto intencionalmente excedeu a profundidade do bolsão em aproximadamente 1 mm (face de fechamento de inserto paralela, mas não co-planar à face de fechamento do porta-molde), de modo a garantir uma interferência entre os insertos dos lados móvel e fixo durante o travamento (aplicação da força de fechamento programada).

Em decorrência das diferenças nos processos de fabricação dos insertos e do somatório das tolerâncias intrínsecas a cada etapa, as cavidades em aço e epóxi possuem diferenças dimensionais, como mostra a tabela 6.3.

As propriedades dos materiais dos moldes que possuem relevância para o trabalho são mostradas na tabela 6.4 (MATWEB, 2007; YAÑEZ, 2005).

tabela 6.3. Dimensões das cavidades dos moldes de aço e epóxi para peças de paredes espessas.

Dimensões reais da cavidade – medições tomadas após a moldagem (mm)							
molde	L1	W1	W2	W3	T1	T2	T3
Aço	122,24	25,46	6,07	25,44	3,100	3,078	3,100
Epóxi	122,09	25,47	6,07	25,55	3,317	3,228	3,515

tabela 6.4. Propriedades dos materiais dos moldes.

		Aço AISI 1045	Resina RenCast 436 após cura	unidade
Condutividade térmica	K	49,8	0,78	W/m.°C
Calor específico	C <sub>p</sub>	486	960	J/kg.°C
Densidade	ρ	7850	1650	kg/m <sup>3</sup>
Difusividade térmica	α	131.10 <sup>-7</sup>	4,92.10 <sup>-7</sup>	m <sup>2</sup> /s
coeficiente de Poisson	ν	0,29	não disponível	-
módulo de elasticidade	E	205	0,65 – 0,75	GPa

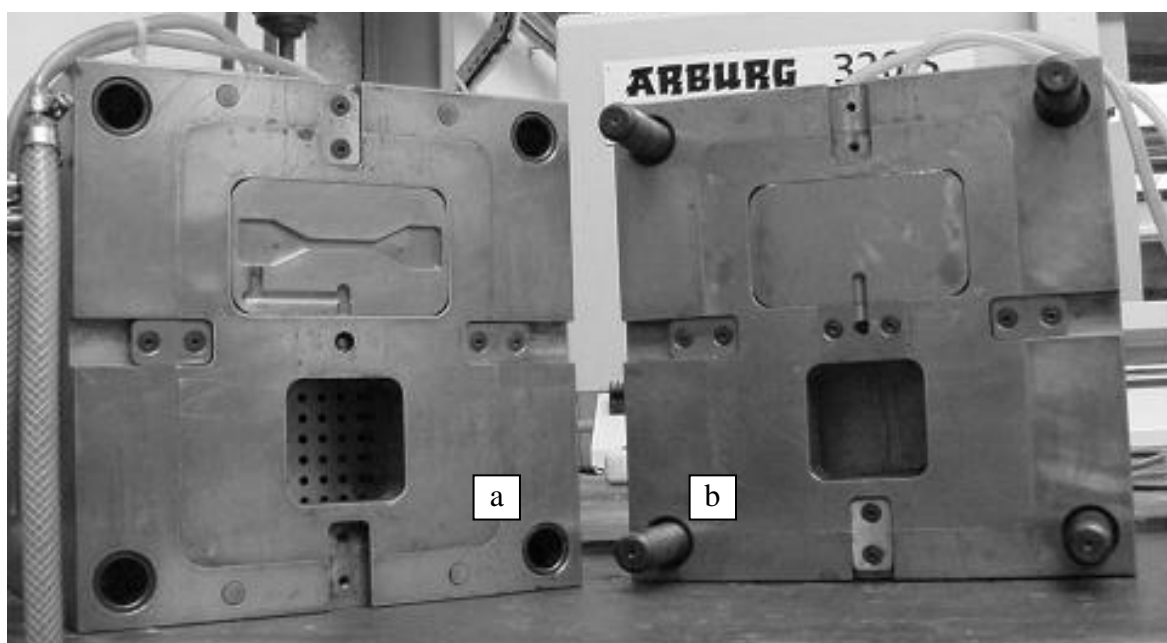


figura 6.3. Lados móvel (a) e fixo (b) do porta-molde utilizado no trabalho. Os inserts de aço para injeção de corpo de prova de parede espessa estão montados nos bolsões superiores.



figura 6.4. Inserts de epóxi (molde VRE) para injeção de corpo de prova de parede espessa.

### 6.2.2 Moldes para injeção das peças de parede fina

Para simplificar a confecção dos moldes, diminuir a probabilidade de falha, eliminar a geometria como fator de influência no experimento e facilitar a obtenção de amostras para os ensaios de caracterização planejados, optou-se por injetar uma placa, cujas dimensões foram determinadas em função das definições de peça de parede fina discutidas no Capítulo 3 e das restrições geométricas do porta-molde. Para o máximo comprimento possível para a cavidade, 105 mm, a espessura mínima que garantiria a proporção 150:1 indicada por MALONEY E POSLINSKI (1998) seria de 0,7 mm. Assim, a cavidade foi projetada com as dimensões nominais mostradas na figura 6.5.

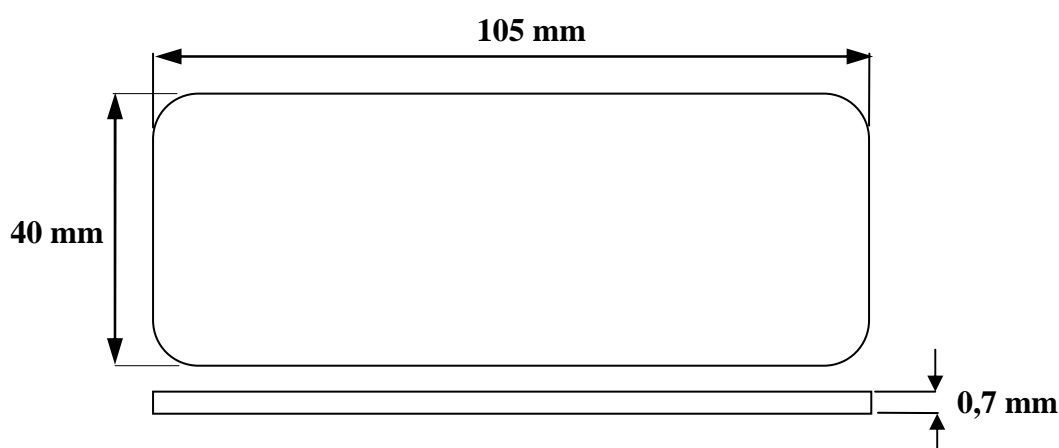


figura 6.5. Dimensões nominais da cavidade projetada para a injeção de peças de paredes finas em molde de aço.

Os insertos de aço foram dotados de canais de resfriamento, saídas de ar da cavidade e um pino de extração único, localizado no canal de alimentação. Simulações dos processos de preenchimento e resfriamento no sistema CAE (*Computer Aided Engineering*) MOLDFLOW PLASTICS INSIGHT® auxiliaram o projeto do sistema de alimentação e dos canais de resfriamento. Os canais de resfriamento (obtidos por furação), com diâmetro de 4 mm foram posicionados a uma distância da superfície suficientemente grande (25 mm) para impedir a criação de linhas ou pontos frios localizados. A figura 6.6 mostra a disposição dos canais no inserto móvel (a mesma configuração foi usada no inserto do lado fixo do molde). Uma vez que a alta pressão de injeção exigida para a injeção em paredes finas poderia provocar rebarbas na folga do alojamento do pino extrator, decidiu-se por não empregar esse sistema de extração na cavidade. Pela relativa facilidade de desmoldagem de uma placa de parede fina, escolheu-se um único ponto para extração por pino sobre o canal de alimentação. Os insertos de aço foram usinados em blocos de aço AISI 1045 no Laboratório de Mecânica de Precisão da UFSC.

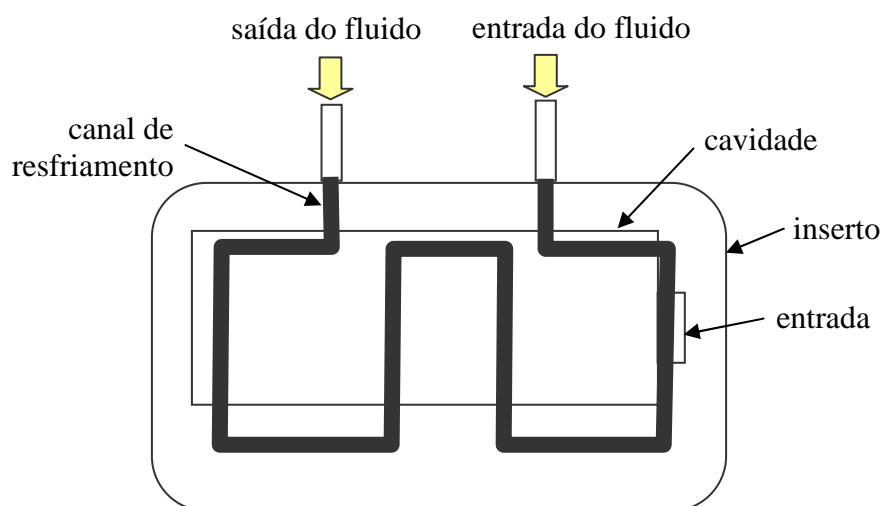


figura 6.6. Sistema de resfriamento do molde de aço para injeção de peças de paredes finas.

Um inserto de epóxi idêntico ao de aço foi construído, mas ensaios preliminares apresentaram excesso de rebarbas, ruptura das bordas da cavidade e preenchimento incompleto. Uma das causas da formação de rebarbas foi que a força de fechamento prevista pela simulação em CAE ficou 50% abaixo da que se demonstrou necessária durante a moldagem. Mesmo com o ajuste desse parâmetro, a assimetria de esforços no inserto ainda continuou causando rebarbas no lado do inserto correspondente ao sistema de alimentação.

Optou-se, então, pelo reprojeito do molde VRE. Com auxílio do Moldflow, alternativas de projeto de cavidade e sistema de alimentação para a nova cavidade foram avaliadas. Os critérios de decisão foram a homogeneidade de distribuição de pressão na cavidade, a simetria na distribuição de pressão em relação ao centro geométrico do inserto e a minimização da força de fechamento. Detalhes e desdobramentos desse processo de projeto são descritos em PEIXOTO *et al.* (2006).

A configuração selecionada é mostrada na figura 6.7. Para que a relação 150:1 entre comprimento do caminho do fluxo e espessura fosse contemplada, a cavidade foi dividida em 3 regiões: a central, com 0,7 mm de espessura, para permitir a comparação direta de propriedades com as peças moldadas em aço, e as regiões laterais, com 0,4 mm de espessura, para que a razão comprimento do fluxo/espessura alcançasse o valor desejado. O sistema de alimentação foi simplificado e centralizado, para não criar desequilíbrios de pressão. O projeto da entrada, contudo, foi restringido pelas condições do porta-molde e pelos recursos então disponíveis para a fabricação do inserto. O sistema de resfriamento, construído com o dobramento de tubos de cobre de diâmetro interno 4 mm, seguiu aproximadamente a mesma configuração dos canais usinados no molde de aço (sem os ângulos retos).

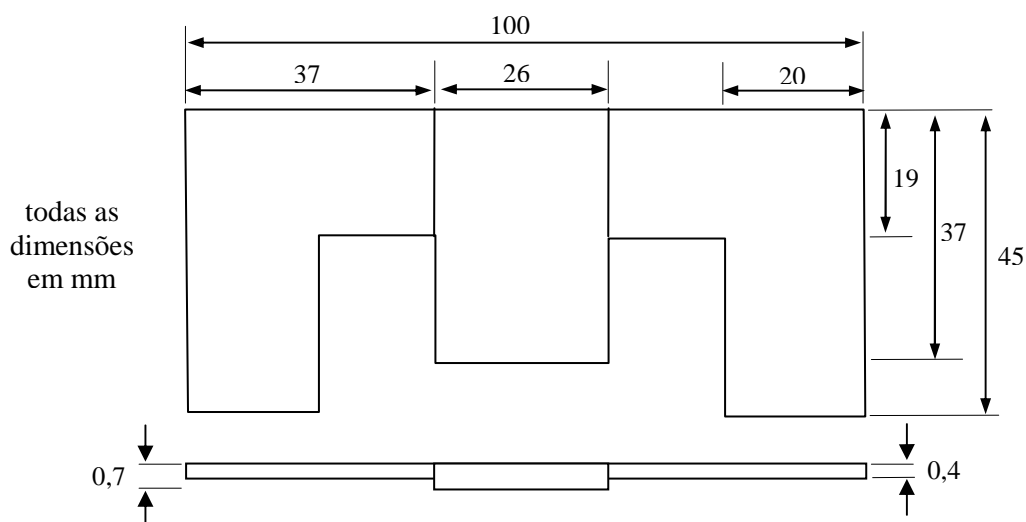


figura 6.7. Dimensões nominais da cavidade projetada para a injeção de peças de paredes finas em molde de epóxi.

Para que houvesse maior precisão da espessura da cavidade, preferiu-se usar o inserto curado ao invés do vazamento sobre um modelo. A extração ficou a cargo apenas do pino central do porta-molde, que atua sobre o poço-frio da bucha de injeção.

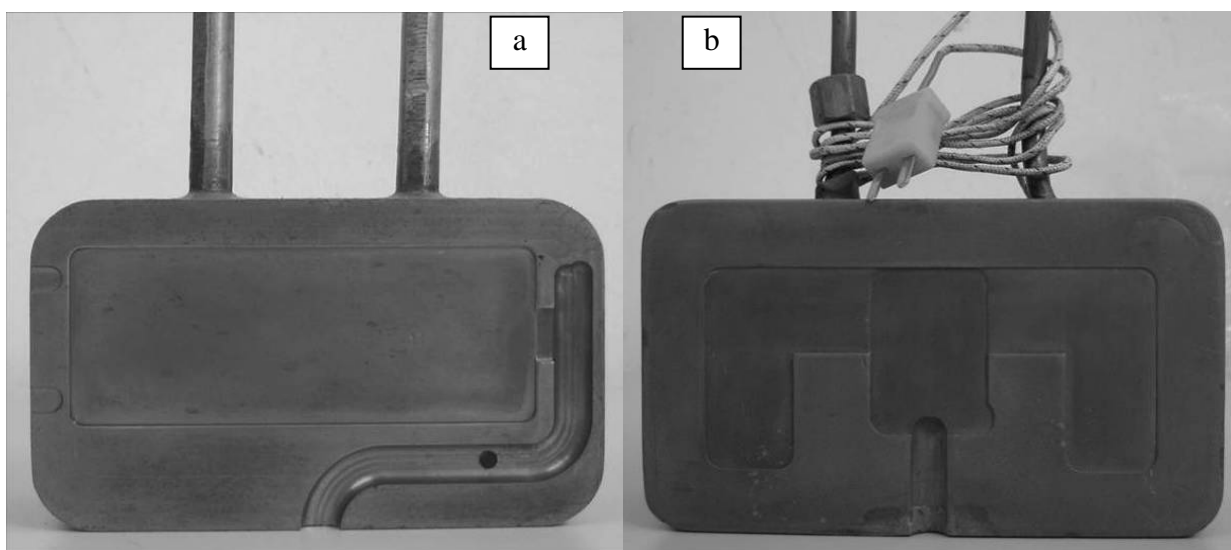


figura 6.8. Insertos para injeção de peças de paredes finas: a) inserto de aço; b) inserto de epóxi.

### 6.3 Planejamento experimental para moldagem por injeção

Conforme discutido na seção 2.1.1, a forma como a moldagem por injeção influencia as propriedades do polímero é governada praticamente por quatro “macrovariáveis”, quais sejam: temperatura do material, velocidade de avanço da frente de fluxo, pressão na cavidade e taxa de resfriamento. Por isso, o experimento foi planejado de modo a avaliar, nas propriedades do

moldado, a influência de quatro parâmetros de moldagem que controlassem as quatro “macrovariáveis” da forma mais direta possível.

Os quatros fatores escolhidos para o experimento foram:

- Temperatura de injeção ( $T_{\text{melt}}$ ): controlada pela programação de um perfil crescente de temperaturas do canhão da injetora e por uma velocidade de rotação do parafuso baixa o suficiente para minimizar a degradação termomecânica do polipropileno;
- Tempo de preenchimento ( $t_{\text{fill}}$ ): controlado pela velocidade de avanço do parafuso até a comutação para “segunda pressão” (pressão de recalque);
- Pressão de recalque ( $P_{\text{hold}}$ ): controlada pela pressão hidráulica do parafuso após a comutação;
- Temperatura inicial do molde ( $T_{\text{mold}}$ ): controlada pela temperatura e pela vazão da água circulante nos canais de resfriamento do molde e pelo tempo de molde aberto até reinício do ciclo.

As respostas de interesse no sistema em estudo englobam características estruturais, propriedades mecânicas e dimensões do moldado. Entretanto, em função do grande volume de amostras e da conseqüente necessidade de adequar os ensaios de caracterização à disponibilidade de tempo e recursos, selecionou-se como variáveis-resposta do experimento completo as seguintes características do moldado:

- Contração no comprimento, largura (de 3 seções) e espessura (em 3 pontos);
- Distribuição e espessura das camadas, observadas por microscopia ótica com luz polarizada (MOLP);
- Densidade média da seção transversal.

As demais respostas de interesse ao cumprimento dos objetivos do trabalho foram obtidas de amostras selecionadas em função da avaliação da distribuição morfológica revelada via MOLP:

- Índices de cristalinidade, via difração de raios-x de alto ângulo (WAXD);
- Índices de orientação cristalina, via difração de raios-x de alto ângulo (WAXD);
- Propriedades mecânicas de tração;
- Módulo elástico ( $E'$ ), módulo de dissipação viscosa ( $E''$ ) e fator de perda ( $\tan\delta$ ); em função da temperatura via análise termomecânica dinâmica (DTMA);

### 6.3.1 Planejamento experimental para as peças de parede espessa

Foi escolhido um planejamento fatorial fracionado do tipo  $2^{4-1}$ , com quatro fatores e dois níveis, mais um ponto central (nível intermediário), resultando em um total de 9 condições experimentais para cada tipo de molde. O planejamento fatorial fracionado tem as desvantagens de confundir entre si os efeitos de pares de interações de segunda ordem e de não ter resolução suficiente para a obtenção de coeficientes de regressão linear. No entanto, sua escolha se deve à minimização do volume experimental (MONTGOMERY *et al.*, 2004).

Os níveis dos fatores foram variados conforme os seguintes critérios:

- Temperatura de injeção ( $T_{melt}$ ): selecionou-se os extremos da faixa recomendada pelo fornecedor: 180 e 230 °C.
- Tempo de preenchimento ( $t_{fill}$ ): os valores foram definidos com auxílio de simulação do processo, tendo-se como premissas a pressão de injeção máxima compatível com a máquina injetora do laboratório CIMJECT e os valores máximos de tensão e taxa de cisalhamentos admitidos pelo material, e procurando-se diferenciar consideravelmente os valores resultantes para a velocidade média de avanço da frente de fluxo. Assim, os níveis inferior e superior selecionados foram 0,5 s (preenchimento rápido) e 5,0 s (preenchimento lento); cabe ressaltar que os valores se referem ao tempo total de avanço do parafuso até a posição de comutação, não ao tempo de preenchimento da cavidade.
- Pressão de recalque ( $P_{hold}$ ): uma vez que parte da literatura recomenda que a injeção em moldes RRT seja conduzida sem a etapa de recalque, estabeleceu-se que o nível inferior seria a mínima pressão de recalque necessária para completar o preenchimento da cavidade após a comutação. O valor de 40 bar foi definido experimentalmente, em ensaios de moldagem preparatórios, para ajuste do processo; o nível máximo, de 260 bar, foi estabelecido com auxílio de simulação do processo, tendo-se como critérios a eliminação de rechupes e a homogeneização da pressão na cavidade ao longo do caminho de fluxo. Os valores de pressão referem-se à pressão na ponta do parafuso, ou seja, a pressão do sistema hidráulico corrigida pela relação das áreas do cilindro hidráulico do parafuso e do cilindro de plastificação da injetora.
- Temperatura inicial do molde ( $T_{mold}$ ): foi pré-estabelecido que o nível inferior deveria ser o mais baixo possível, para se aproximar de condições reais de processamento empregadas comercialmente para algumas aplicações de iPP, e que o nível superior deveria estar acima dos 60 °C, temperatura mínima indicada



por KALAY E BEVIS (1997) e CANOVI (2004) para a produção de peças de iPP dimensionalmente estáveis e com mínimas tensões residuais. Os valores de 25 e 65 °C foram, então, definidos em ensaios de moldagem preparatórios, em função das limitações de controle de temperatura e vazão de água do equipamento (banho termostaticado) disponível e da baixa capacidade de remoção de calor do molde de epóxi, que impediu o resfriamento abaixo de 25 °C dentro de um tempo compatível com um ciclo de injeção.

A tabela 6.5 organiza os valores definidos para os níveis dos fatores do planejamento experimental e a tabela 6.6 elenca as condições experimentais (tratamentos) para a moldagem das peças de parede espessa. A figura 6.9 exibe a codificação dos tratamentos. As letras S e E designam, respectivamente, os moldes de aço e VRE. Os níveis dos fatores  $T_{melt}$ ,  $P_{hold}$  e  $T_{mold}$  são representados por H (alto), L (baixo), e I (intermediário).

O fator  $t_{fill}$  tem sua codificação invertida na tabela 6.5 porque durante a moldagem usou-se a velocidade de avanço do parafuso ( $V_{fill}$ ) como fator experimental. Essa medida foi tomada em virtude do melhor controle do processo pela injetora, uma vez que os valores de tempo de preenchimento informados pela máquina representam o avanço do parafuso até a posição programada para a comutação, o que nem sempre ocorria com a cavidade 99% preenchida, especialmente nos casos em que havia formação de rebarbas. Para que não houvesse confusão ao se relacionar as peças moldadas e os resultados dos experimentos, manteve-se a codificação original. Na tabela 6.5, os valores de  $V_{fill}$  são mostrados ao lado de  $t_{fill}$ .

tabela 6.5. Níveis e fatores do planejamento fatorial para moldagem das peças espessas.

	$T_{melt}$ (°C)	$t_{fill}$ (s) / $V_{fill}$ (cm <sup>3</sup> /s)	$P_{hold}$ (bar)	$T_{mold}$ (°C)
Nível Alto (H)	280	0,5 / 51	260	65
Nível Baixo (L)	180	5,0 / 4	40	25
Nível Intermediário(I)	205	2,75 / 27	130	45

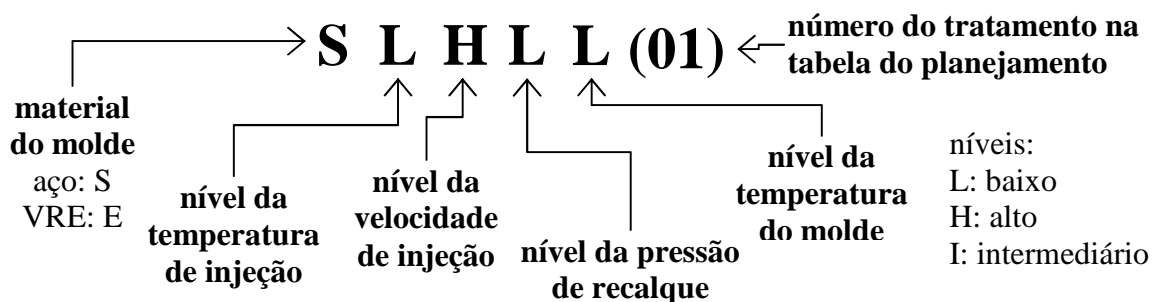


figura 6.9. Codificação das combinações experimentais.

tabela 6.6. Condições experimentais (tratamentos) para moldagem das peças de parede espessa.

código da condição experimental	molde	$T_{\text{melt}}$ (°C)	$t_{\text{fill}}$ (s)	$P_{\text{hold}}$ (bar)	$T_{\text{mold}}$ (°C)
SLHLL(01)	AÇO	180	0,5	40	25
SHHHL(02)	AÇO	230	0,5	260	25
SHLLL(03)	AÇO	230	5	40	25
SLLHL(04)	AÇO	180	5	260	25
SHHLH(05)	AÇO	230	0,5	40	65
SLHHH(06)	AÇO	180	0,5	260	65
SLLLH(07)	AÇO	180	5	40	65
SHLHH(08)	AÇO	230	5	260	65
SIIII(09)	AÇO	205	2,8	130	45
ELHLL(17)	VRE	180	0,5	40	25
EHHHL(18)	VRE	230	0,5	260	25
EHLLL(19)	VRE	230	5	40	25
ELLHL(20)	VRE	180	5	260	25
EHHLH(21)	VRE	230	0,5	40	65
ELHHH(22)	VRE	180	0,5	260	65
ELLLH(23)	VRE	180	5	40	65
EHLHH(24)	VRE	230	5	260	65
EIIII(25)	VRE	205	2,8	130	45

### 6.3.2 Planejamento experimental para as peças de parede fina

Mediante as dificuldades encontradas na injeção de peças de paredes finas em moldes RRT em ensaios preliminares (O'HAGAN, 2005), preferiu-se reduzir o volume de amostras injetadas, eliminando-se uma das variáveis de controle do planejamento experimental. Nas peças de paredes finas, a razão entre a espessura da pele e a espessura total da peça é algumas vezes maior do que nas peças de paredes espessas (ZHU E EDWARD, 2004). Em tese, isso minimizaria a influência da pressão de recalque nas características morfológicas do núcleo. Além disso, o tempo de atuação da pressão de recalque também é diminuído, pois a pequena espessura da entrada promove sua rápida solidificação. Portanto, ao invés de um planejamento  $2^{4-1}$ , optou-se por um fatorial incompleto  $2^{3-1}$ , com dois níveis e três fatores, mais ponto central, resultando em um total de 5 condições experimentais para cada um dos dois tipos de molde. Posteriormente, uma sexta condição experimental foi incluída no experimento, para permitir comparações específicas entre variáveis e com os resultados do planejamento experimental usado para as peças de parede espessa.

Os níveis para cada fator foram determinados segundo a mesma metodologia descrita na seção anterior, para a moldagem das peças de paredes espessas. Os valores para as temperaturas de injeção e do molde foram mantidas idênticas às definidas para as peças espessas e, via simulação do processo, procurou-se estabelecer tempos de preenchimento que mantivessem as velocidades de avanço da frente de fluxo em valores semelhantes aos obtidos para as peças de paredes espessas. A pressão de recalque foi programada de forma fixa, sob o valor de 130 bar.

A tabela 6.7 organiza os valores definidos para os níveis dos fatores do planejamento experimental e a tabela 6.8 elenca as condições experimentais para a moldagem das peças de parede fina, de acordo com a mesma codificação empregada no planejamento experimental para as peças de parede espessa.

tabela 6.7. Níveis e fatores do planejamento fatorial para moldagem das peças de paredes finas.

	$T_{\text{melt}}$ (°C)	$t_{\text{fill}}$ (s) / $V_{\text{fill}}$ (cm <sup>3</sup> /s)		$T_{\text{mold}}$ (°C)
	AÇO e VRE	AÇO	VRE	AÇO e VRE
Nível Alto (H)	280	0,5 / 77	0,5 / 50	65
Nível Baixo (L)	180	3,5 / 6,5	3,5 / 4	25
Nível Intermediário (I)	205	2,0 / 42	2,0 / 27	45

tabela 6.8. Condições experimentais (tratamentos) para moldagem das peças de parede fina.

código da condição experimental	molde	$T_{\text{melt}}$ (°C)	$t_{\text{fill}}$ (s)	$T_{\text{mold}}$ (°C)
SLHL(01)	AÇO	180	0,5	25
SHLL(05)	AÇO	230	3,5	25
SHHH(09)	AÇO	230	0,5	65
SLLH(13)	AÇO	180	3,5	65
SHLH(14)	AÇO	230	3,5	65
SIII(C1)	AÇO	205	2,0	45
ELHL(17)	VRE	180	0,5	25
EHL(21)	VRE	230	3,5	25
EH(25)	VRE	230	0,5	65
ELLH(29)	VRE	180	3,5	65
EHLH(30)	VRE	230	3,5	65
EIII(C2)	VRE	205	2,0	45

### 6.3.3 Metodologia de análise dos resultados das variáveis-resposta

Empregou-se os *softwares* STATISTICA e STATGRAPHICS CENTURION XV para montagem dos planejamentos e análise dos resultados. Análise de variância (ANAVA) foi usada

para verificar o significado estatístico de cada efeito, ou seja, a variação na resposta produzida pela mudança de nível de um fator. Ao longo dos Capítulos 7 e 8 são apresentadas as tabelas de ANAVA com os resultados dos *testes*  $F^1$  para avaliação do significado estatístico, com pelo menos 95 % de confiança, dos efeitos dos fatores, interações (fatores de segunda ordem) e da curvatura do modelo de regressão linear múltipla. O coeficiente de determinação  $R^2$ , apresentado nas tabelas de ANAVA, representa a proporção de variação total da variável-resposta que é explicada pela variação dos fatores, fornecendo uma indicação de quão bem o modelo de regressão linear múltipla se ajusta aos resultados experimentais.

O número de replicações do planejamento experimental variou conforme o número de amostras empregadas para a medição da variável-resposta submetida à análise.

#### 6.4 Simulação da moldagem em sistema CAE

O sistema CAE MOLDFLOW PLASTICS INSIGHT<sup>®</sup> foi empregado em quatro momentos ao longo do desenvolvimento do trabalho:

- no projeto dos insertos de paredes finas, para auxiliar as seguintes tarefas:
  - projeto da geometria da cavidade, configuração e dimensionamento de canais de alimentação e entrada, por meio de análises em modo FILL;
  - balanceamento do sistema, por meio de análises em modo FLOW;
  - configuração e dimensionamento do sistema de resfriamento, de modo a minimizar a heterogeneidade de remoção de calor na superfície das cavidades, por meio de análise em modo FILL+COOL;
- durante o planejamento experimental, para auxiliar a definição dos valores para os níveis dos fatores, conforme descrito na seção 6.3, via análises em modo FILL+COOL+FLOW, e para definição dos valores de referência para os demais parâmetros, como tempo de resfriamento e tempo de recalque e parâmetros iniciais para a programação da injetora, como velocidade de avanço do parafuso de injeção e força de fechamento; foram observados os valores recomendados pela ficha do XM6150K na biblioteca de materiais do Moldflow (MOLDFLOW, 2005), mostrados na tabela 6.9.
- após os ensaios de moldagem, para a determinação dos índices termomecânicos  $Y_C$  e  $\tau_{Ys}$ , (ver seção 2.1.5) do processamento segundo cada uma das condições experimentais; os dados de entrada foram os exatos valores dos parâmetros empregados durante a moldagem e as saídas observadas foram os valores

---

<sup>1</sup> O teste  $F$  é um procedimento estatístico de teste de hipóteses para a igualdade de duas variâncias.

máximos para taxa de cisalhamento ( $\gamma_{\max}$ ), tensão de cisalhamento ( $\tau_w$ ) e temperatura (*bulk temperature*) ( $T_b$ ), bem como os perfis da velocidade da frente de fluxo ( $V$ ), temperatura ( $T$ ), e taxa de cisalhamento ( $\gamma$ ) através da seção transversal; esses dados referem-se a um determinado elemento da malha, correspondente à região de onde as amostras foram cortadas para os ensaios de caracterização de propriedades.

O procedimento usado para as análises é descrito a seguir:

- importação dos modelos das cavidades, previamente desenhados e convertidos para o formato de malha triangular STL (*Standard/ Stereolithography Tessellation Language*; BEARD, 1997) por meio do sistema CAD (*Computer Aided Design*) SOLIDWORKS®;
- geração da malha de elementos finitos, do tipo “Fusion” (com maior refinamento na seção central do corpo de prova de tração), a partir do modelo STL importado;
- análise e correção de defeitos da malha;
- criação dos elementos componentes do sistema de alimentação (bucha de injeção, poço frio, canal primário, canal secundário, entrada), idênticos ao desenho real do porta-molde e dos insertos (ver figura 6.10);
- criação dos elementos relativos aos canais e mangueiras de resfriamento, idênticos ao desenho real dos insertos (ver figura 6.10);
- criação do bloco com as dimensões externas dos insertos;
- inserção do ponto inicial de injeção no topo da bucha de injeção (ver figura 6.10);
- seleção do material PROLEN XM150K na base de dados de materiais;
- seleção ARBURG ALLROUNDER 320S na base de dados de máquinas injetoras;
- inserção dos valores para as propriedades do material do molde (tabela 6.4) e configuração do material para os elementos da cavidade, bloco (inserto), sistema de alimentação e canais de resfriamento;
- seleção do tipo (modo) de análise;
- entrada dos parâmetros do algoritmo de solução (*solver parameters*);
- entrada dos parâmetros de injeção (ver tabela 6.11);
- execução da análise e interpretação dos resultados.

Um dos parâmetros de entrada para o *solver* da análise é o coeficiente de transferência de calor entre molde e polímero ( $h_{p-m}$ ). O Moldflow usa o valor de 25.000 W/m<sup>2</sup>.°C como padrão para  $h_{p-m}$ , independentemente das propriedades inseridas para o material do molde. Contudo,

PANTANI *et al.* (2001) mostram que  $h_{p-m}$  é proporcional à efusividade térmica  $b_m$  do material do molde e decresce ao longo do tempo  $t_c$  decorrido a partir do primeiro contato do polímero com a parede de cavidade. A efusividade térmica é definida pela equação 6.1, onde  $Cp_m$ ,  $K_m$  e  $\rho_m$  são calor específico, condutividade térmica e densidade do material do molde. O coeficiente de transferência de calor molde-polímero  $h_{p-m}$  é descrito pela equação 6.2 (PANTANI *et al.*, 2001).

$$b_m = \sqrt{Cp_m \cdot K_m \cdot \rho_m} \quad [\text{J/m}^2 \cdot ^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{1/2}] \quad \text{eq. 6.1}$$

$$h_{p-m}(t_c) = \sqrt{\frac{b_m}{\pi \cdot t_c}} \quad [\text{W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}] \quad \text{eq. 6.2}$$

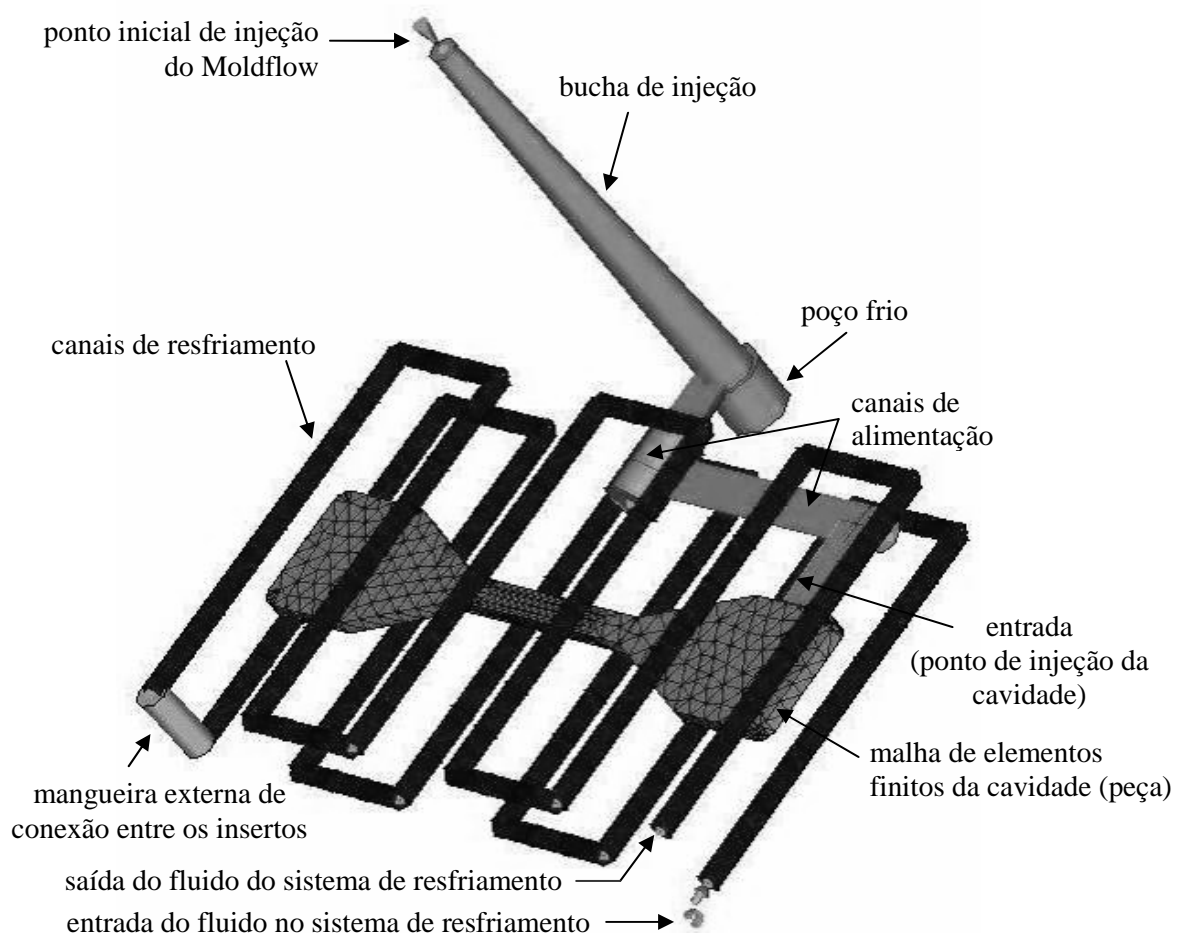


figura 6.10. Elementos gerados no Moldflow para simulação da injeção das peças de parede espessa no molde VRE.

Assim, os coeficientes de transferência de calor iniciais para os moldes de aço e epóxi foram calculados pela equação 6.2, com os valores  $Cp_m$ ,  $K_m$  e  $\rho_m$  informados na

tabela 6.4 e com o valor de 0,1 s sugerido por PANTANI *et al.* (2001) para  $t_c$ . Como pode ser visto na tabela 6.10, o valor de  $h_{p-m}$  calculado para o processamento em aço é o mesmo usado

pelo Moldflow como *default*. Embora o Moldflow permita a entrada de um perfil de valores de  $h_{p-m}$  versus tempo, por simplificação do procedimento preferiu-se usar somente o valor inicial para  $t_c = 0,1$  s.

tabela 6.9. Parâmetros recomendados pelo Moldflow para o processamento do iPP XM6150K.

		valor
máxima tensão de cisalhamento admissível	max. $\tau_w$	0,25 MPa
máxima taxa de cisalhamento admissível	max. $\gamma$	100.000 1/s
temperatura do molde	$T_{\text{mold}}$	10-60 °C
temperatura de injeção	$T_{\text{melt}}$	180-230 °C
máxima temperatura admissível	$T_{\text{max}}$	280 °C
temperatura de extração	$T_{\text{eject}}$	124 °C

tabela 6.10. Coeficientes de transferência de calor usados como entrada no Moldflow.

	$h_{p-m}$ (W/m <sup>2</sup> .°C)
aço AISI 1045	24.598
epóxi RenCast 436	1.984

tabela 6.11. Parâmetros de injeção para simulação dos ensaios de moldagem no Moldflow.

<i>controle</i>	<i>método ou parâmetro</i>	<i>valor programado</i>
Preenchimento	por tempo	níveis do fator $t_{\text{fill}}$
Comutação de preenchimento para recalque	por volume da cavidade preenchido	99 %
Recalque	por pressão x tempo	níveis do fator $P_{\text{hold}}$ x tempo usado no ensaio de moldagem
Tempo de resfriamento	por valor especificado	valor usado no ensaio de moldagem
Temperatura do molde	uniforme (igual nos 2 insertos)	níveis do fator $T_{\text{mold}}$
Temperatura de injeção		níveis do fator $T_{\text{melt}}$
Temperatura ambiente		25 °C
Fluido de resfriamento		água pura
Temperatura do fluido de resfriamento		valor usado no ensaio (14 - 70 °C)
Fluido de resfriamento	vazão especificada	4 l/min (máxima do equipamento)

## 6.5 Ensaios de moldagem das peças de paredes espessas e finas

O processo de injeção foi realizado em uma injetora ARBURG ALLROUNDER 320S 500/150 (LABMAT/EMC/UFSC). Um banho termostatizado MICROQUÍMICA MBQTC 9920,

com vazão de 4 l/min, foi usado para manter sob controle a temperatura dos insertos, montados em um porta-molde de aço.

A temperatura dos moldes de epóxi foi monitorada por um termopar tipo K, montado no ponto central da cavidade, a 1 mm de profundidade em relação à superfície do inserto, e conectado a um sistema de aquisição PICOLOG TC08. Com o sistema ligado a um computador pessoal, foi possível acompanhar em tempo real e registrar a evolução da temperatura ao longo do ciclo. A temperatura dos moldes de aço era lida manualmente com o termômetro infravermelho MINIPA MT350. Sua mira laser era direcionada a uma fita fosca e opaca aderida à superfície de fechamento do molde, para que a leitura não fosse afetada pela emissividade da superfície metálica polida. O mesmo termômetro foi usado para ler a temperatura do polipropileno fundido, injetado propositadamente fora do molde (com unidade injetora recuada).

Os ensaios de moldagem foram realizados inicialmente para as peças de paredes espessas, sempre com o molde de aço sendo utilizado antes do respectivo em epóxi. Para cada um dos quatro pares de insertos, repetiu-se o seguinte procedimento:

1. montagem dos insertos no porta-molde e conexão aos equipamentos auxiliares;
2. programação dos parâmetros fixos, com tempo de recalque zerado;
3. programação dos parâmetros de moldagem variáveis (referentes à primeira condição experimental;
4. tempo de espera para estabilização da temperatura do molde e da unidade injetora da máquina (canhão);
5. purga do material dosado na unidade injetora para verificação da temperatura real do polipropileno antes da moldagem;
6. ajuste da posição final de avanço do parafuso para que a comutação para a etapa de recalque ocorresse com a cavidade aproximadamente 99% preenchida, conforme condição de simulação configurada no Moldflow;
7. ajuste da velocidade de avanço do parafuso para que o tempo de preenchimento se igualasse ao valor nominal pré-estabelecido; a pressão de injeção é programada com o mínimo valor capaz de manter constante a velocidade de avanço do parafuso durante o tempo de preenchimento;
8. ajuste da força de fechamento, em função da ocorrência de rebarbas;
9. ajuste dos parâmetros referentes ao movimento da placa móvel, da placa extratora e do avanço/recuo da unidade injetora da máquina;
10. programação do tempo de recalque e ajuste do tempo de molde fechado para resfriamento da peça injetada;



11. injeção de uma peça e medição de sua massa, sem o canal de injeção, imediatamente após desmoldagem;
12. aumento do tempo de recalque em 1 s e injeção de mais uma peça para comparação da massa com a da peça anterior; em caso de aumento de massa, repetição dos passos 12 e 13, até a estabilização da massa em ciclos consecutivos (o que indica o congelamento da entrada dentro do tempo de recalque);
13. ajuste do tempo de molde fechado, descontando-se o tempo de recalque adicional;
14. ajuste do retardo do fechamento do molde, para resfriamento do molde até a temperatura de referência para reinício do ciclo; o resfriamento dos inserts de epóxi foi acelerado por jato de ar comprimido contra suas superfícies;
15. no caso do molde de aço, injeção de cinco ciclos para estabilização do processo; com o molde VRE, injeção de um número suficiente de ciclos para estabilizar a temperatura máxima do molde (registrada pelo PICOLOG), em um patamar fixo e para que a temperatura mínima fosse atingida dentro de um tempo total estável;
16. injeção de um mínimo de 10 peças para uso como corpo de prova;
17. preparação para a injeção de corpos de prova sob a condição experimental seguinte, repetindo-se os passos 3 a 13;
18. remoção do porta-molde para troca do par de inserts e repetição do procedimento desde o passo 1.

A regulagem do tempo de molde fechado para resfriamento foi variada para cada condição experimental, de maneira a que todas as peças fossem extraídas com temperatura externa inferior a 90 °C. Durante o procedimento de ajuste, a temperatura da peça era tomada imediatamente após a abertura do molde, por meio de um termômetro infravermelho.

Após a extração, o molde deveria permanecer aberto até que fosse atingida a temperatura de referência para reinício do ciclo que, nesse trabalho, equivale ao valor da variável experimental  $T_{\text{mold}}$ . Ao passo que os moldes de aço mantinham sua temperatura praticamente constante ao longo do ciclo, os moldes de epóxi eram aquecidos em algumas dezenas de graus pelo termoplástico injetado. Assim, para cada condição experimental, foi programado um tempo apropriado para os retardos do fechamento do molde e do avanço do parafuso no ciclo seguinte.

No caso dos moldes de aço, o controle de temperatura do molde não se fazia necessário ciclo a ciclo. Devido à eficiência da remoção de calor, o molde de aço praticamente não esquentou durante os ciclos, e o longo tempo de resfriamento era mais do que suficiente para arrefecer a pequena diferença observada (máximo de 2 °C). Assim, a leitura da temperatura da parede do molde via termômetro infravermelho se fez necessárias apenas durante os ciclos de

ajuste e, por segurança apenas, aproximadamente a cada 5 ciclos durante a produção das peças destinadas à avaliação de propriedades.

Em função dos ajustes do tempo de resfriamento e do retardo do fechamento do molde, o tempo total de ciclo resultou bastante diferente para cada condição experimental.

Imediatamente após a extração do molde, o sistema de alimentação do moldado era removido (corte com serra e breve acabamento com papel abrasivo 180) e a massa das peças era verificada em balança MARTE 2000, com sensibilidade de 0,01 g. Peças com variação superior a 1% em relação à média das primeiras nove eram descartadas e novos ciclos de injeção eram executados até que se obtivesse um lote de dez peças com variação de massa máxima igual a 1%.

## **6.6 Procedimentos de caracterização das propriedades das peças injetadas**

Conforme estabelecido na seção 6.3, após a moldagem, as peças tiveram suas propriedades estruturais e mecânicas caracterizadas por meio de coluna com gradiente de densidade, microscopia de luz polarizada, difração de raios-X, análise termomecânica dinâmica e ensaio de tração, além da medição das peças espessas para avaliação da contração.

A proposta inicial do trabalho previa o emprego das técnicas de microdureza e nanoindentação em microscópio de força atômica (AFM) para o mapeamento das propriedades mecânicas na espessura das amostras. Esse estudo é apresentado no Anexo A.

Antes da apresentação detalhada dos procedimentos de caracterização de propriedades, a seção 6.6.1 resume a preparação das amostras para os respectivos ensaios.

### **6.6.1 Corte e preparação geral das amostras**

Primeiramente, tomou-se as dimensões das 10 peças de paredes espessas injetadas sob cada condição experimental, como será detalhado na seção 6.6.7. Em seguida, 5 peças de cada condição experimental foram reservadas para ensaios de tração e as outras 5 tiveram sua seção estreita removida por corte com serra ou disco adiamantado. O disco adiamantado, a baixa rotação e semi-mergulhado em água, foi preferido sempre que o corte devesse ser suave de modo a minimizar modificações estruturais por ação térmica e/ou mecânica. A figura 6.11 mostra um esquema geral da preparação das amostras de parede espessa. As descrições detalhadas dos procedimentos encontram-se nas seções referentes às técnicas de caracterização. Nessa figura, as direções do fluxo, transversal ao fluxo e normal à superfície de maior área da peça, são representadas respectivamente pelos símbolos DF, DT e DN.

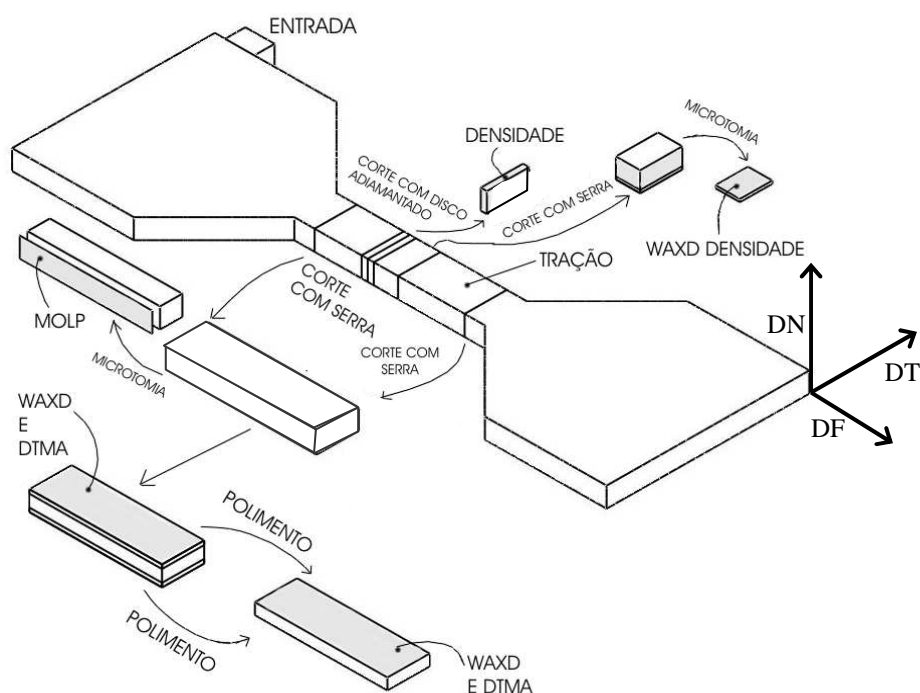


figura 6.11. Preparação das amostras de paredes espessas para os diversos ensaios de caracterização de propriedades.

Em relação às peças de paredes finas, o corte das amostras para os ensaios de densidade, MOLP, WAXD e DTMA foram recortadas das peças injetadas utilizando-se uma lâmina metálica, conforme mostrado na figura 6.12. Uma vez que a geometria das peças injetadas em aço e em epóxi não era idêntica, teve-se o cuidado de se recortar as amostras de regiões localizadas a distâncias equivalentes da entrada das respectivas cavidades.

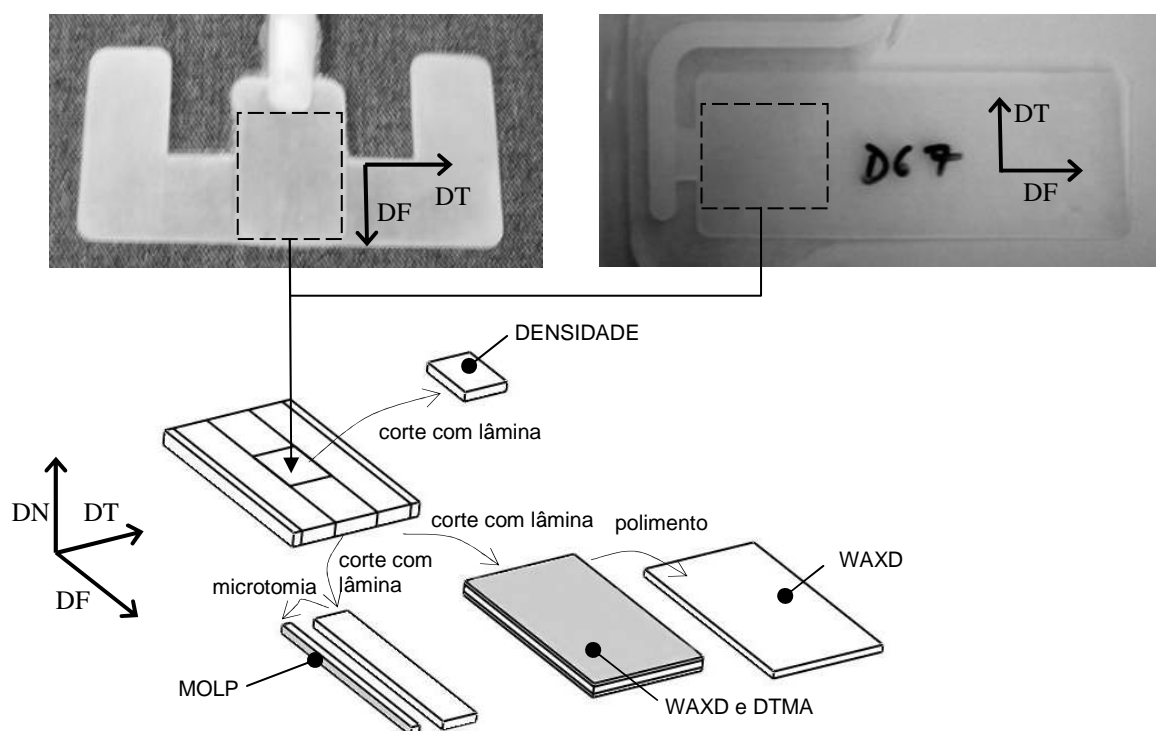


figura 6.12. Preparação das amostras de paredes finas para os ensaios de caracterização.

### 6.6.2 Avaliação da densidade das amostras de paredes espessas e finas

As medições de densidade de amostras representativas da seção transversal (conforme mostram as figuras 6.10 e 6.11) foram executadas com uma coluna de gradiente, preenchida com uma mistura de álcool etílico e água destilada especialmente preparada para a obtenção de um gradiente de 0,8800 a 0,9100 g/cm<sup>3</sup>. Antes de serem colocadas na coluna, uma a uma, as amostras foram postas em um pequeno recipiente, que em seguida foi submetido a vácuo por 5 minutos e preenchido lentamente com uma solução leve de álcool e água. Esse procedimento foi usado para reduzir a formação de bolhas de ar na superfície das amostras. A temperatura da coluna foi mantida em 8 °C. O gradiente teve uma resolução de aproximadamente 0,00003 g/cm<sup>3</sup>. A densidade das amostras foi calculada por equação obtida por meio de regressão linear referente às posições de 5 esferas de calibração com densidade conhecida. Os valores foram extrapolados para a temperatura de 25 °C, usando-se um coeficiente de expansão térmica de  $1,05 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$  (ZIA *et al.* 2006).

Para cada condição experimental de moldagem das peças de parede espessa, duas amostras da seção transversal (plano DT-DN) foram cortadas conforme o procedimento ilustrado na figura 6.11, com dimensões finais de aproximadamente 3x6x1 mm. No caso das peças de paredes finas, as amostras de aproximadamente 4x4x0,7 mm foram recortadas no plano DF-DT, conforme mostra a figura 6.12. Em ambos os experimentos, tomou-se a média das duas amostras como resultado do experimento.

### 6.6.3 Avaliação das características estruturais das amostras de paredes espessas e finas via microscopia ótica com luz polarizada (MOLP)

As amostras são paralelas ao plano DF-DN (ver figura 6.11 e figura 6.12), de modo a revelarem a distribuição morfológica ao longo da espessura do moldado. Nas peças de paredes espessas, escolheu-se a região do estreitamento do corpo de prova, uma vez que ali o fluxo é bem desenvolvido e perfeitamente paralelo ao comprimento da peça. Nas de parede fina, por restrições geométricas da cavidade em epóxi, a escolha recaiu sobre a região próxima à entrada, mas de forma a que a seção microtomada resultasse paralela ao caminho de fluxo, exatamente no eixo de simetria da cavidade.

As amostras, com espessura de 15 µm, foram cortadas, a temperatura ambiente, em um micrótomo ANGLIA, equipado com lâminas descartáveis de aço, no Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho, Guimarães, Portugal. Sobre uma chapa aquecida (*hot stage*), as amostras microtomadas foram individualmente colocadas e estendidas entre uma lâmina e uma lamínula de vidro, previamente untadas com bálsamo do Canadá, cujo índice de refração é semelhante ao do vidro. (O aquecimento do *hot stage* proporciona maior fluidez para o bálsamo, mas não alcança as temperaturas de transição da fase cristalina do PP).

Em modo de transmissão de luz polarizada, sem filtro, micrografias com ampliações de 5 e 50 vezes foram obtidas com uma câmera LEICA DFC 280, conectada ao microscópio Olympus BHS do Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho. As micrografias foram tomadas com as amostras orientadas de duas formas: a) praticamente paralelas ao polarizador, atingindo a posição de extinção, onde é possível observar maior detalhamento da microestrutura e b) a 45° em relação ao polarizador e ao analisador, onde a máxima birrefringência facilita o reconhecimento do limite da camada orientada pelo fluxo.

Posteriormente, usando-se uma câmera LEICA DFC 280 e um microscópio LEICA DMLM, pertencentes ao laboratório CIMJECT, um segundo e mais amplo conjunto de micrografias específicas foi obtido conforme interesses específicos da investigação. A birrefringência das amostras foi verificada qualitativamente com uso de placa de retardo de  $\frac{1}{4}$  do comprimento de onda. Devido à maior precisão e resolução da imagem, a espessura da camada congelada foi medida diretamente no microscópio LEICA, por meio de uma régua impressa na ocular do equipamento.

#### **6.6.4 Avaliação das características estruturais das amostras de paredes espessas e finas via difração de raios-x de alto ângulo (WAXD)**

Analizou-se quatro diferentes tipos de amostras, removidas das peças injetadas conforme mostrado na figura 6.11 e na figura 6.12. Os tipos de amostra são classificados em grupos, como se segue (ver figura 6.13):

- A. Amostras de paredes espessas ensaiadas na superfície mais larga (plano DF-DT) e em níveis inferiores, expostos por lixamento sucessivo com lixas d'água de granulometrias 80, 120, 320 e 800.
- B. Amostras de paredes finas ensaiadas na superfície mais larga (plano DF-DT) e em um nível inferior, exposto por lixamento (ambas as superfícies lixadas).
- C. Amostras de parede espessa, microtomadas em camadas de 100  $\mu\text{m}$  (plano DF-DT), da superfície até o núcleo (direção DN). Essas amostras foram usadas para comparação com os resultados dos ensaios de microdureza e nanoendetação apresentados no Anexo A.

Os ensaios foram realizados no Departamento de Engenharia Química dos Processos e Materiais (DICPM) da Universidade de Palermo (UNIPA), com difratômetro BRUKER-AXS D8 ADVANCE (usando radiação  $\text{CuK}\alpha$ , com comprimento de onda 1,5406 Å, e operando a 40 kV e 40 mA), e no difratômetro PHILIPS X'PERT MPD (usando radiação  $\text{CuK}\alpha$ , com comprimento de onda 1,5406 Å, e operando a 40 kV e 30 mA) do LABMAT/EMC/UFSC. Os difratogramas foram obtidos com uso de goniômetro para varredura  $\theta$ -2 $\theta$ , com os parâmetros mostrados na tabela 6.12 e em modo de reflexão, à exceção das amostras do grupo C, ensaiadas em

transmissão. A largura do feixe foi fixada em 8 mm (opção “fenda fixa” na configuração do *software* operacional do equipamento), de modo a cobrir toda a largura das amostras. O porta-amostra foi coberto com uma massa plástica amorfa, sobre a qual as amostras foram fixadas.

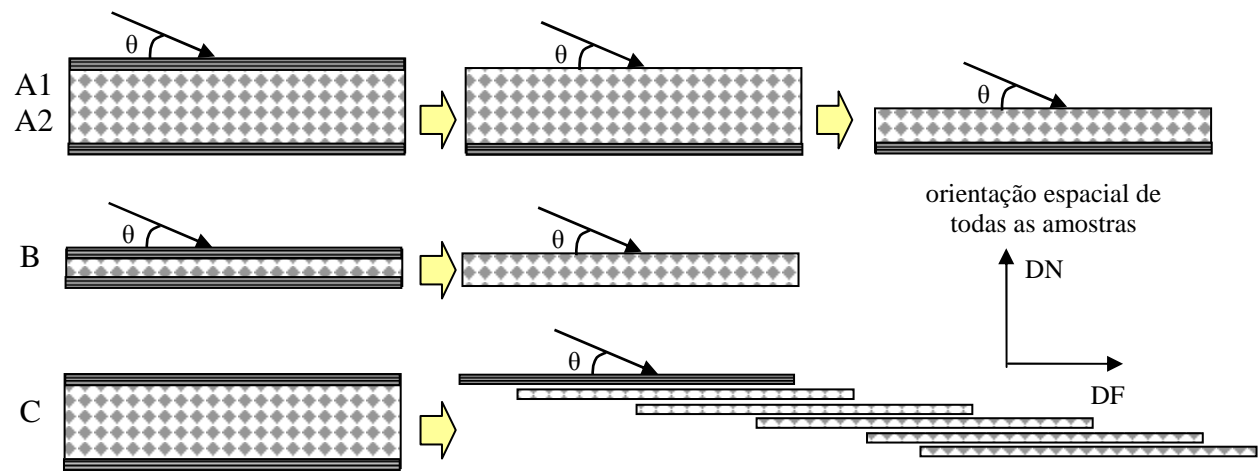


figura 6.13. Esquematização dos grupos de amostras usadas para ensaios de WAXD.

tabela 6.12. Parâmetros empregados nos ensaios de WAXD.

grupo	modo	rotação da amostra (spinning)	incremento angular $2\theta$	tempo por incremento angular $2\theta$	varredura $2\theta$	local
A1	reflexão	ligado	$0,05^\circ$	2 s	10 a $30^\circ$	UFSC
A2	reflexão	ligado	$0,05^\circ$	1s	8 a $27^\circ$	UFSC
B	reflexão	ligado	$0,05^\circ$	2 s	10 a $30^\circ$	UFSC
C	transmissão	ligado	$0,1^\circ$	10 s	10 a $25^\circ$	UNIPA

Nos ensaios realizados na UFSC, usou-se uma correção automática da abertura da fenda para que a área iluminada pelo feixe de raios-x se mantivesse constante e independente do ângulo de incidência. Esse procedimento não foi necessário no equipamento da UNIPA, pois foram usadas máscaras metálicas com uma abertura circular, expondo-se ao feixe apenas a região de interesse, com área idêntica em todas as amostras. Correção de fundo foi realizada para todos os resultados. Correções de absorção e polarização foram julgadas como desnecessárias.

A profundidade de penetração do raio-x nas amostras analisadas sob reflexão foi estimada em 450 a 550  $\mu\text{m}$ , após uma série de ensaios em que a espessura de uma amostra de PP foi sequencialmente reduzida até que fosse detectado o espectro do alumínio de uma chapa posicionada abaixo da amostra.

Os *softwares* PEAKFIT v.4.12 e ORIGIN PRO 7.5 foram usados para a deconvolução dos difratogramas, mediante o método descrito a seguir:

- importação dos dados originais no Origin Pro e correção de fundo;
- determinação de linha base e subtração da área abaixo da mesma;
- determinação do halo amorfo, traçando-se uma curva ajustada em 5 pontos apropriadamente escolhidos sobre a curva do difratograma, conforme indicado por ZIPPER *et al.* (1996); de modo a padronizar o procedimento, os pontos escolhidos foram os vales entre os picos cristalinos;
- cálculo da área do halo amorfo ( $A_h$ ), pela integração da área formada pela curva ajustada no passo anterior e a linha base; cabe ressaltar que a opção escolhida para o ajuste da curva do halo tende a superestimar a contribuição da fase amorfa;
- subtração de  $A_h$  da curva do difratograma e cálculo da área restante do difratograma, equivalente aos picos da difrações dos planos cristalinos,  $A_c$ ;
- exportação dos dados para o PeakFit;
- ajuste dos picos cristalinos conforme funções do tipo Pearson VII (funções pseudo-Voigt que combinam linearmente gaussianas e lorentzianas), conforme indicação de ZIPPER *et al.* (1996) e MINARDI *et al.* (1997); o PeakFit permite um ajuste muito flexível e simplificado, pois após a geração de curvas segundo uma varredura automática, possibilita o ajuste manual dos parâmetros dos picos;
- determinação automática, da área  $A_{hkl}$ , altura máxima  $I_{hkl}$  e largura total à altura média  $HM_{hkl}$  para os picos correspondentes às difrações dos planos cristalinos com índices  $hkl$  de Miller 110, 040, 130, 111, -131+041, 060 (todos relativos à fase  $\alpha$ ) e 300 (fase  $\beta$ ) (KALAY e BEVIS, 1997; SWARTJES, 2001).

A partir das áreas e alturas obtidas pelo método acima descrito, determinou-se uma série de parâmetros referentes à estrutura das amostras ensaiadas, a começar pelo índice de cristalinidade  $\chi$ , dado por (VIANA *et al.*, 2002):

$$\chi = \frac{A_c}{A_c + A_h} \quad \text{eq. 6.3}$$

Para a estimativa do conteúdo de fase  $\beta$  ( $\chi_\beta$ ), usou-se a equação 6.4, análoga à usada para ao cálculo do índice de cristalinidade (VIANA *et al.* 2002).

$$\chi_\beta = \frac{A_{300}}{A_c + A_h} \quad \text{eq. 6.4}$$

Conforme TROTIGNON e VERDU (1987), ZIPPER *et al.* (2002) e VIANA *et al.*, (2002), os índices  $A_{110}$  e  $A_{130}$  caracterizam o grau de orientação de  $\alpha$ -cristalitos e o índice  $C_\alpha$  serve como medida da orientação bimodal de  $\alpha$ -cristalitos, ou seja, a relação entre o total de orientação dos eixos cristalográficos  $a^*$  e  $c$  na direção do fluxo (DF), como mostra a figura 6.14 (adaptada de

FUJIYAMA *et al.*, 1988). A orientação bimodal caracteriza a superestrutura conhecida como shish-kebab. Para 100 % de orientação eixo  $a^*$  na direção do fluxo,  $C_\alpha = 1$ .

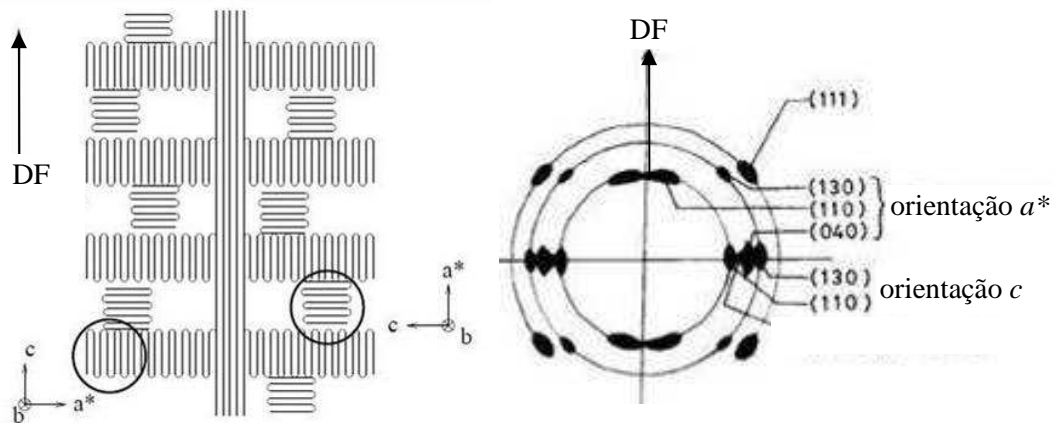


figura 6.14. Estrutura lamelar com orientação bimodal (shish-kebab) e interpretação do padrão bidimensional de WAXD correspondente.

Por sua vez, os índices  $A_{110}$  e  $A_{130}$  baseiam-se no fato de que a orientação molecular enfraquece ou faz desaparecer as difrações dos planos 111 e -131+041 na direção equatorial do espectro bidimensional obtido por uma câmera do tipo Debye-Scherrer (ZIPPER *et al.*, 2002), como mostra a figura 6.15, adaptada de HOUSMANS (2003).

As equações 6.5, 6.5 e 6.7 (ZIPPER *et al.*, 2002) foram usadas para determinar os índices de orientação molecular.

$$A_{110} = \frac{I_{110}}{I_{110} + I_{111} + I_{131+041}} \quad \text{eq. 6.5}$$

$$A_{130} = \frac{I_{130}}{I_{130} + I_{111} + I_{131+041}} \quad \text{eq. 6.6}$$

$$C_\alpha = \frac{I_{040}}{I_{110} + I_{040} + I_{130}} \quad \text{eq. 6.7}$$

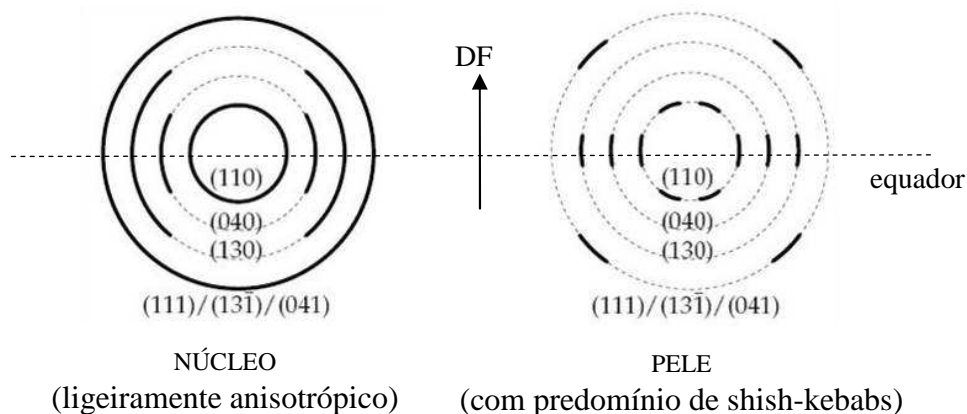


figura 6.15. Espectros bidimensionais de difração de raios-X de iPP para núcleo e camada congelada de amostra moldada por injeção.



### 6.6.5 Avaliação das propriedades mecânicas de tração das peças de paredes espessas

Para a determinação do módulo de elasticidade ( $E$ ), tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ) e os alongamentos à tensão máxima ( $\epsilon_y$ ) e na ruptura ( $\epsilon_b$ ), cinco corpos de prova injetados sob cada condição experimental foram ensaiados em uma máquina universal EMIC (do Departamento de Química da UFSC), com célula de carga de 500 N e velocidade de 5 mm/min, a 20 °C. A deformação foi medida com um extensômetro longitudinal de 50 mm de base de medida. Foram ensaiados corpos de prova de 8 das 18 condições experimentais, selecionados posteriormente à análise de microscopia ótica.

O módulo foi calculado tomando-se como referência o trecho mais retilíneo da curva tensão-deformação antes da tensão máxima, correspondente a 0,2 e 0,6 % de deformação.

### 6.6.6 Análise termomecânica dinâmica (DTMA) das amostras de paredes espessas e finas

Por meio de um ensaio dinâmico de flexão em dois pontos (*single cantilever*), determinou-se o comportamento do módulo de armazenamento ( $E'$ ), módulo de dissipação viscosa ( $E''$ ) e o fator de perda ( $\tan\delta$ ) para peças injetadas sob as condições experimentais que resultaram em valores extremos para a espessura da camada congelada.

Os ensaios foram realizados no equipamento T.A. INSTRUMENTS DMA Q8000 3E, do laboratório CIMJECT, com frequência de 1 Hz, deformação de 0,5 %, com taxa de aquecimento de 3 °C/min, varrendo a faixa de temperaturas de -70 °C a 170 °C.

Das peças de paredes espessas, foram cortadas amostras de aproximadamente 6 x 30 mm, paralelas ao plano DF-DT (ver figura 6.11). Amostras de 30 x 11 mm foram cortadas de peças de paredes finas, sempre do plano DF-DT (ver figura 6.12). Algumas amostras tiveram a camada congelada removida de ambos os lados, por meio de lixamento sob água corrente, com lixas de granulometrias 80, 120, 320 e 800, usadas sequencialmente.

### 6.6.7 Avaliação dimensional das peças de paredes espessas

Conforme indicado na figura 6.16, as dimensões do comprimento ( $L_1$ ) e das larguras das três seções das peças ( $W_1$ ,  $W_2$  e  $W_3$ ), foram tomadas com um paquímetro digital MITUTOYO ABSOLUTE DIGIMATIC (resolução de 0,001 mm e incerteza de medição de +/- 0,001 mm). As espessuras de pontos específicos nas três seções ( $T_1$ ,  $T_2$  e  $T_3$ ), indicados por círculos na figura 6.16, foram tomadas com um micrômetro digital MITUTOYO IP65 (resolução de 0,01 mm e incerteza de medição de +/- 0,02 mm).

Para cada condição experimental, 10 peças foram medidas. Todos os resultados foram expressos pela média de 3 medições. As cavidades dos moldes foram medidas nas mesmas posições, após encerrados os ensaios de moldagem.

Conforme as normas ASTM D955-89 e DIN 16901 (MENGES e MOHREN, 1993), as dimensões do moldado devem ser tomadas de 16 a 48 horas após a injeção, para que a contração de processamento seja calculada em relação às dimensões da cavidade. Contudo, neste trabalho preferiu-se considerar as dimensões dos moldados em condições de serviço, ou seja, após um determinado tempo de armazenamento sob temperatura não controlada, durante o qual a contração pode ser aumentada pelo envelhecimento do material (decorrente de relaxação de tensões residuais e cristalização). Assim, as peças foram medidas 30 dias após a moldagem.

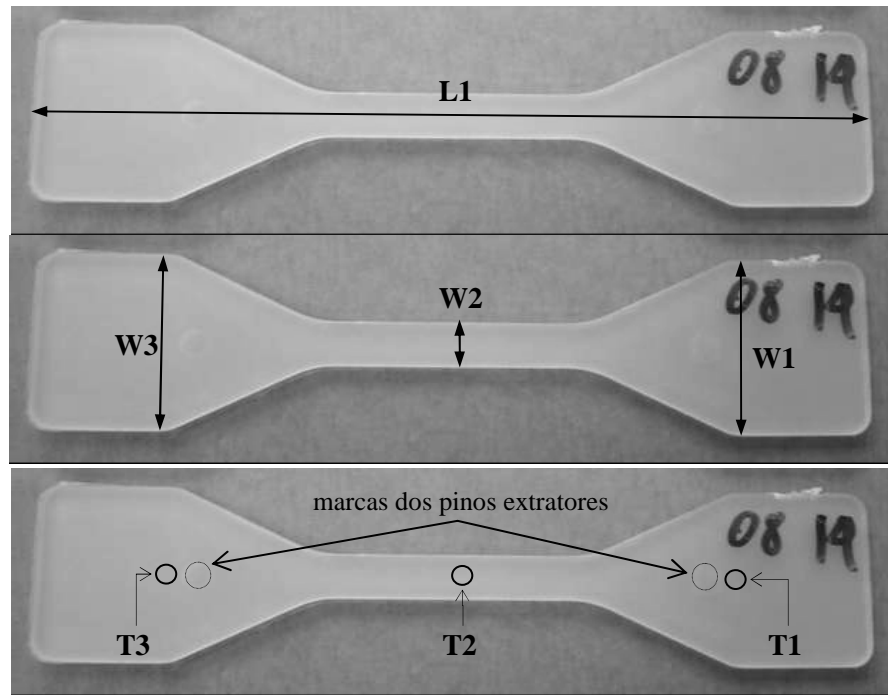


figura 6.16. Dimensões do corpo de prova de tração submetidas a análise.

A contração percentual da dimensão  $L1$  em relação à dimensão correspondente na cavidade ( $S_{L1}$ ) foi calculada conforme a equação 6.3 (JACOBS, 2000).

$$S_{L1} = \frac{L1_{cavidade} - L1_{peça}}{L1_{cavidade}} \cdot 100 \quad [\%] \quad \text{eq. 6.8}$$

A contração das demais dimensões foi calculada de forma análoga. Cabe ressaltar que valores negativos são admitidos para a contração calculada pela equação 6.8, quando a dimensão da peça resulta maior do que a cavidade.

Para as peças de paredes finas, a contração não foi avaliada em função das cavidades em aço e epóxi não serem geometricamente comparáveis e por problemas de moldagem que serão descritos e comentados na seção 8.1.

# *Capítulo 7*

*Resultados e discussão  
sobre a moldagem de peças  
de parede espessa*

## 7 RESULTADOS E DISCUSSÃO SOBRE A MOLDAGEM DE PEÇAS DE PAREDE ESPESSA

Esse capítulo apresenta os resultados dos ensaios de caracterização das propriedades das peças de parede espessa, discute-os com base na literatura e compara as peças injetadas em aço e epóxi sob os pontos de vista do processamento e das propriedades.

### 7.1 Considerações gerais sobre o processo de moldagem

Comparativamente à moldagem em insertos de aço, as principais dificuldades enfrentadas durante a moldagem em epóxi foram a formação de rebarbas, maior propensão a rechupes e o longo tempo de resfriamento, além de outros problemas pontuais.

Um exemplo típico da formação de rebarbas nesse experimento é mostrado na figura 7.1. Nota-se rebarbas especialmente junto ao canal de alimentação e entrada (zonas de maior pressão), na parte final da cavidade e no contorno do inserto. A rebarba no contorno foi causada por imprecisões no ajuste do inserto no porta-molde. Em alguns casos, esse tipo de rebarba foi verificado também na moldagem em aço. Esse problema enfatiza a necessidade de cuidados especiais no projeto de porta-molde para facilitar a montagem e o ajuste de insertos fabricados em resina. Mas, a maior extensão das rebarbas no contorno dos insertos de epóxi revela que a menor resistência do material do molde agrava o problema.



figura 7.1. Rebarbas nos moldados em epóxi (parede espessa).

A rebarba verificada na extremidade da cavidade oposta à entrada pode ser atribuída ao próprio problema no ajuste dos insertos, o que resulta em não paralelismo entre as superfícies de fechamento e a irregularidades na superfície dos insertos, decorrentes do processo de fabricação ou deformação pela pressão de moldagem. A formação de rebarbas foi maior para as condições

experimentais que empregaram alta temperatura de injeção e alta velocidade de injeção, caso da peça mostrada na figura 7.1 (EHHHL).

Conforme comentado no Capítulo 4, os ciclos de injeção em moldes RT não-metálicos são muito longos em relação ao processamento em moldes convencionais. A tabela 7.1 mostra que os tempos de ciclo em epóxi foram de aproximadamente 2 a 5 vezes maiores do que em aço, dependendo da condição experimental. Na moldagem em epóxi, os tempos de ciclo variaram entre 152 e 232 s.

tabela 7.1. Tempos de ciclo na moldagem de peças de parede espessa.

moldagem em aço		moldagem em epóxi			
condições experimentais	tempo médio de ciclo (s)	condições experimentais	diferença entre temperatura máxima e inicial do molde (°C)	tempo médio de ciclo (s)	razão entre tempos de ciclo em epóxi e aço
SLHLL(1)	40	ELHLL(17)	16	190	4,8
SHHHL(2)	51	EHHHL(18)	21	252	4,5
SHLLL(3)	55	EHL(19)	18	228	4,1
SLLHL(4)	44	ELLHL(20)	16	190	4,3
SHHLH(5)	95	EHHLH(21)	15	215	2,2
SLHHH(6)	94	ELHHH(22)	13	171	1,8
SLLLH(7)	98	ELLLH(23)	11	175	1,8
SHLHH(8)	100	EHLHH(24)	15	222	2,1
SIII(C1)	58	EIII(C2)	15	160	2,6

Os maiores tempos resultaram das condições experimentais com  $T_{melt}$  alta, para as quais a temperatura máxima do molde alcançou maiores diferenças em relação à inicial, ressaltando a menor capacidade de remoção de calor do molde fabricado em epóxi. Na moldagem em aço, as condições com  $T_{mold}$  baixa diminuíram o tempo de resfriamento da peça e não modificaram o tempo de resfriamento do molde, uma vez que sua temperatura praticamente não variou ao longo do ciclo.

Um erro de projeto do molde de epóxi foi revelado durante a moldagem de algumas peças injetadas sob condições de  $P_{hold}$  alta. Como mostra a figura 7.2, pela falta de um pino extrator central (posição ocupada por um termopar) a seção central do corpo de prova era retida no molde, deformando a peça durante a desmoldagem. Como a cavidade de epóxi possui ângulo de saída e pelo fato do problema não ter ocorrido no molde de aço, presume-se que sua origem esteja relacionada a dois fatores: 1) a maior rugosidade da cavidade em resina, assim como à existência de pequenos lascamentos; 2) a resposta elástica do molde, que segundo LEO e CUVELLIEZ (1996) e PANTANI *et al.* (2001), pode agir como uma pressão adicional de

recalque, mesmo nos rígidos moldes de aço. As peças assim deformadas na extração foram descartadas.

A peça mostrada na figura 7.2 ainda revela rechupes ao longo da borda do corpo de prova. Esse defeito de moldagem foi recorrente nas peças injetadas em epóxi, mesmo com as condições experimentais com  $P_{hold}$  alta, e optou-se por não corrigi-lo, pois isso demandaria a otimização da pressão de recalque para cada diferente condição experimental e aumentaria a retenção da seção central da peça durante a extração. Cabe ressaltar que as simulações realizadas no MoldFlow com  $P_{hold}$  alta não demonstraram tendência a rechupes nos moldados em epóxi.

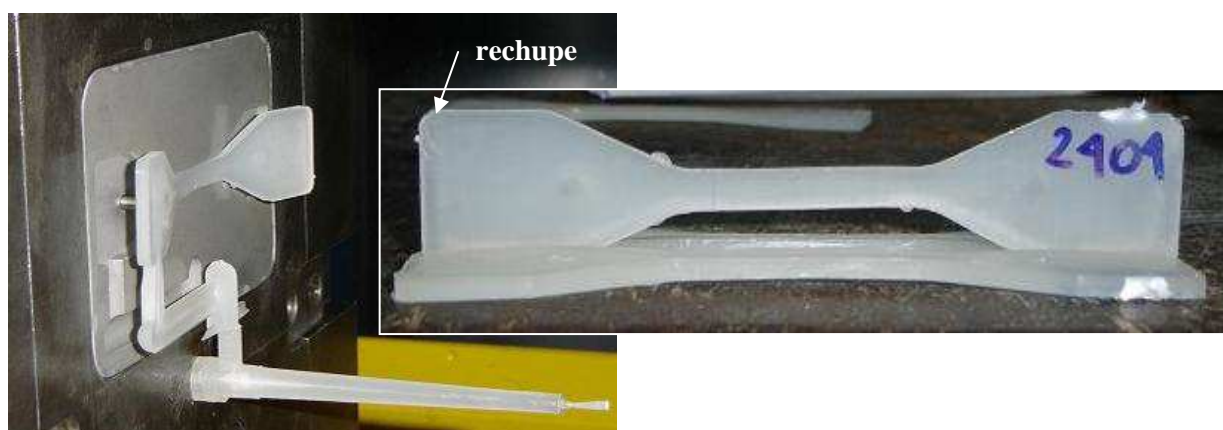


figura 7.2. Adversidades encontradas na moldagem em insertos de epóxi: dificuldades de extração e rechupes.

Outro aspecto da comparação entre peças injetadas em moldes RRT com peças moldadas em aço diz respeito à estética. Embora o trabalho não tenha se proposto a avaliar tais características, observou-se que as peças injetadas em epóxi resultaram mais opacas e foscas do que as moldadas em aço, como mostra a figura 7.3. A causa mais provável dessa diferença é o pior acabamento superficial da cavidade do inserto de epóxi, evidenciado também pela maior aspereza das peças, que aumenta a opacidade superficial. Variações no grau de cristalinidade também poderiam contribuir para diferenças na opacidade interna.

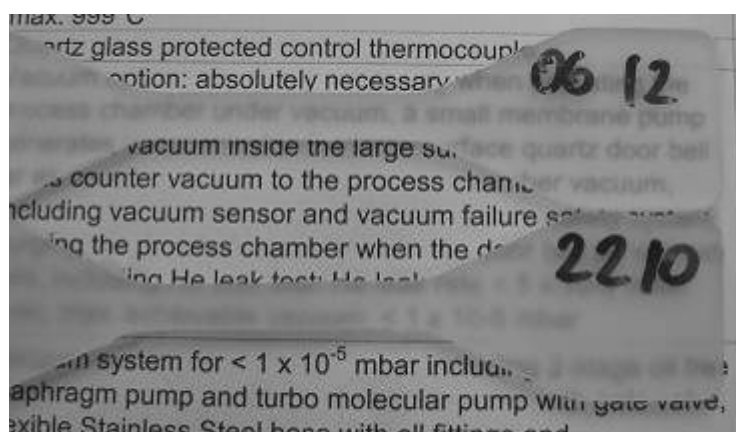


figura 7.3. Comparação visual da transparência de peças injetadas em aço (código 06-12) e epóxi (código 22-10) sob a condição LHHH.

## 7.2 Simulação do processo e determinação dos índices termomecânicos

A tabela 7.2 apresenta os resultados da simulação do processo de injeção e os índices termomecânicos para as 18 condições experimentais. A localização do elemento da malha triangular para o qual foram gerados os resultados é correspondente à região submetida a ensaios de caracterização (ver figura 7.4). Os parâmetros obtidos pela simulação, bem como a temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ), calculada pela equação 2.2, foram usados para a determinação dos índices termomecânicos  $Y_c$  e  $\tau_{Y_s}$  (definidos na seção 2.1.5) que serão usados para auxiliar a compreensão das relações processo-estrutura-propriedades ao longo do capítulo. O percentual da espessura da peça solidificado ao final do preenchimento ( $\theta_{fl}$ ) foi determinado para futura comparação com a espessura real da pele medida ao microscópio.

tabela 7.2. Resultados da simulação do processo de injeção e índices termomecânicos determinados para as 18 condições experimentais:  $T_b$ : temperatura “bulk”;  $T_i$ : temperatura na interface polímero-molde;  $T_s$ : temperatura média da pele;  $\theta_{fl}$ : percentual da espessura da peça solidificado;  $\tau_w$ : tensão de cisalhamento máxima;  $\gamma_{max}$ : taxa de cisalhamento máxima;  $Y_c$ : índice térmico;  $\tau_{Y_s}$ : índice termomecânico da pele.

	resultados da simulação					índices termomecânicos		
	$T_b$ (°C)	$\tau_w$ (MPa)	$\gamma_{max}$ (1/s)	$T_s$ (°C)	$\theta_{fl}$ %	$T_i$ (°C)	$Y_c$	$\tau_{Y_s}$
SLHLL (01)	183	0,128	5076	144	0,074	31	0,32	0,118
SHHHL (02)	232	0,100	4679	174	0,053	33	0,49	0,076
SHLLL (03)	216	0,066	394	134	0,242	33	0,44	0,067
SLLHL (04)	173	0,093	657	104	0,308	31	0,27	0,142
SHHLH (05)	232	0,098	4483	186	0,039	72	0,60	0,062
SLHHH (06)	182	0,129	4788	156	0,053	70	0,42	0,101
SLLLH (07)	174	0,083	482	127	0,256	70	0,37	0,096
SHLHH (08)	216	0,071	537	152	0,181	72	0,56	0,057
SIII (09)	201	0,109	1959	142	0,163	52	0,44	0,102
ELHLL (17)	183	0,110	3293	163	0,039	79	0,46	0,079
EHHHL (18)	232	0,087	3293	157	0,012	96	0,71	0,061
EHLHL (19)	218	0,053	276	142	0,178	96	0,68	0,045
ELLHL (20)	174	0,074	354	120	0,259	79	0,41	0,107
EHHLH (21)	232	0,084	3212	217	0,010	122	0,88	0,035
ELHHH (22)	183	0,113	3661	173	0,011	105	0,61	0,065
ELLLH (23)	176	0,067	264	140	0,173	105	0,57	0,058
EHLHH (24)	220	0,047	238	166	0,093	122	0,87	0,023
EIII (25)	202	0,064	460	163	0,060	102	0,67	0,040

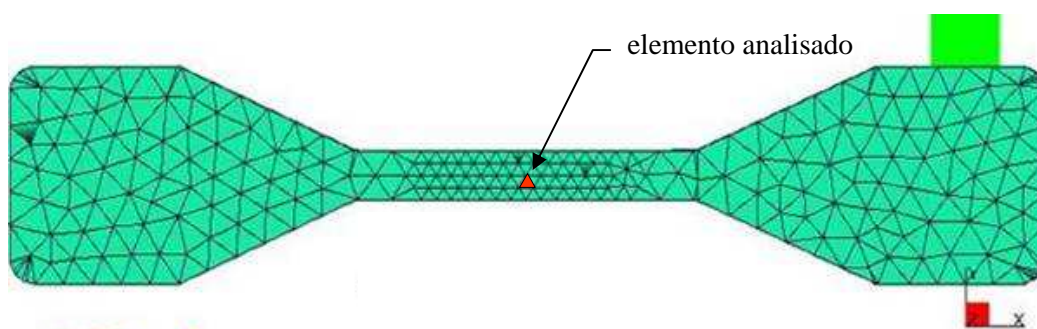


figura 7.4. Simulação do processo de injeção nas peças de parede espessa moldadas em aço e VRE: localização do elemento da malha triangular submetido a análise no Moldflow.

O cálculo de  $Y_c$  envolveu duas simplificações dignas de nota:

- Tomou-se  $T_i$  como constante durante o ciclo, desconsiderando o aquecimento do molde de epóxi, representado na figura 7.5. Dependendo da condição experimental, a temperatura do molde de epóxi<sup>1</sup> subiu entre 11 a 21 graus nos primeiros 25 segundos do ciclo. Isso significa que o índice  $Y_c$  das peças injetadas em epóxi pode ter sido subestimado.
- Desprezou-se os efeitos de processo sobre a temperatura de cristalização ( $T_c$ ), que foi fixada em 135 °C para todas as condições experimentais. Conforme VIANA (2003), a pressão de recalque e a taxa de resfriamento tendem a aumentar  $T_c$ . Mesmo assim, o próprio autor preferiu considerar  $T_c$  constante em seus experimentos (VIANA *et al.* 2002, VIANA *et al.* 2004).

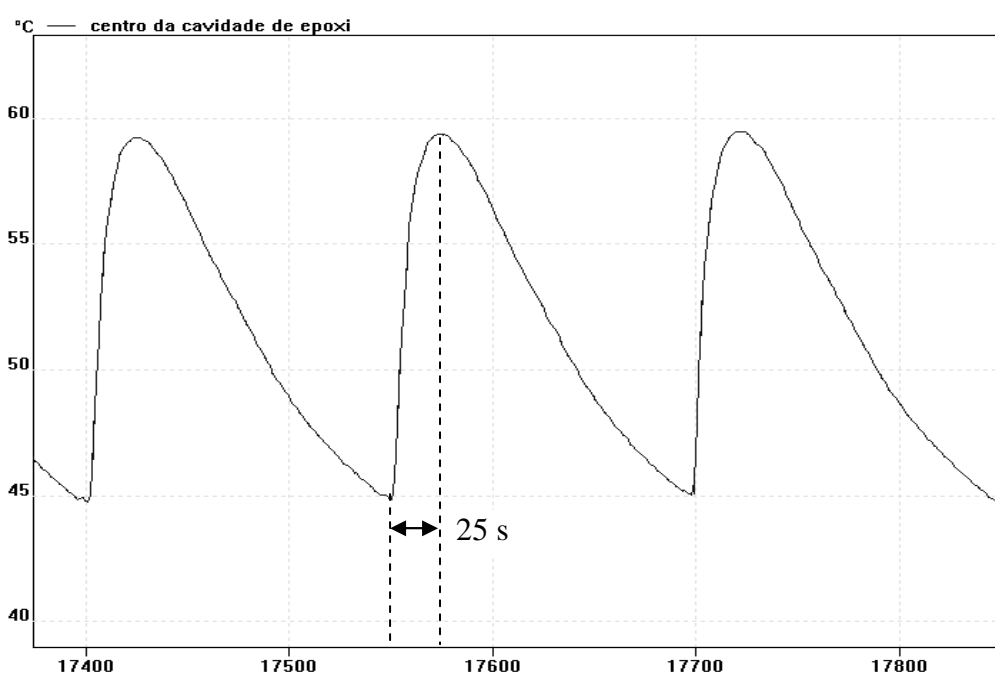


figura 7.5. Representação gráfica da leitura de temperatura do termopar da cavidade de epóxi de três ciclos consecutivos sob condição de processo EIII(25).

<sup>1</sup> O termopar estava localizado no mesmo ponto do elemento analisado no Moldflow.



A análise dos efeitos dos parâmetros de processo sobre os índices termomecânicos, apresentados na figura 7.6, permite as seguintes considerações:

- O fato do efeito de  $T_{melt}$  sobre os valores de  $Y_c$  ter sido maior do que o de  $T_{mold}$  mostra apenas que os valores escolhidos para  $T_{mold}$  não foram tão extremos quanto para  $T_{melt}$ .
- Os efeitos de  $t_{fill}$  sobre  $Y_c$  foram pequenos, mostrando que a dissipação viscosa de calor durante o escoamento não foi intensa a ponto de aumentar substancialmente a temperatura do material em relação à  $T_{melt}$  original (temperatura do material dosado no canhão)
- Visto que o efeito de  $t_{fill}$  sobre  $\tau_{Ys}$  foi surpreendente pequeno, os valores do índice termomecânico acabam por representar mais o índice térmico da pele  $Y_s$  do que a tensão de cisalhamento ( $\tau_w$ ). É possível que o procedimento de determinação da temperatura média da pele ( $T_s$ ) via simulação tenha sido inadequado ou que realmente o campo térmico tenha prevalecido sobre o mecânico no balanço entre orientação e relaxação molecular.

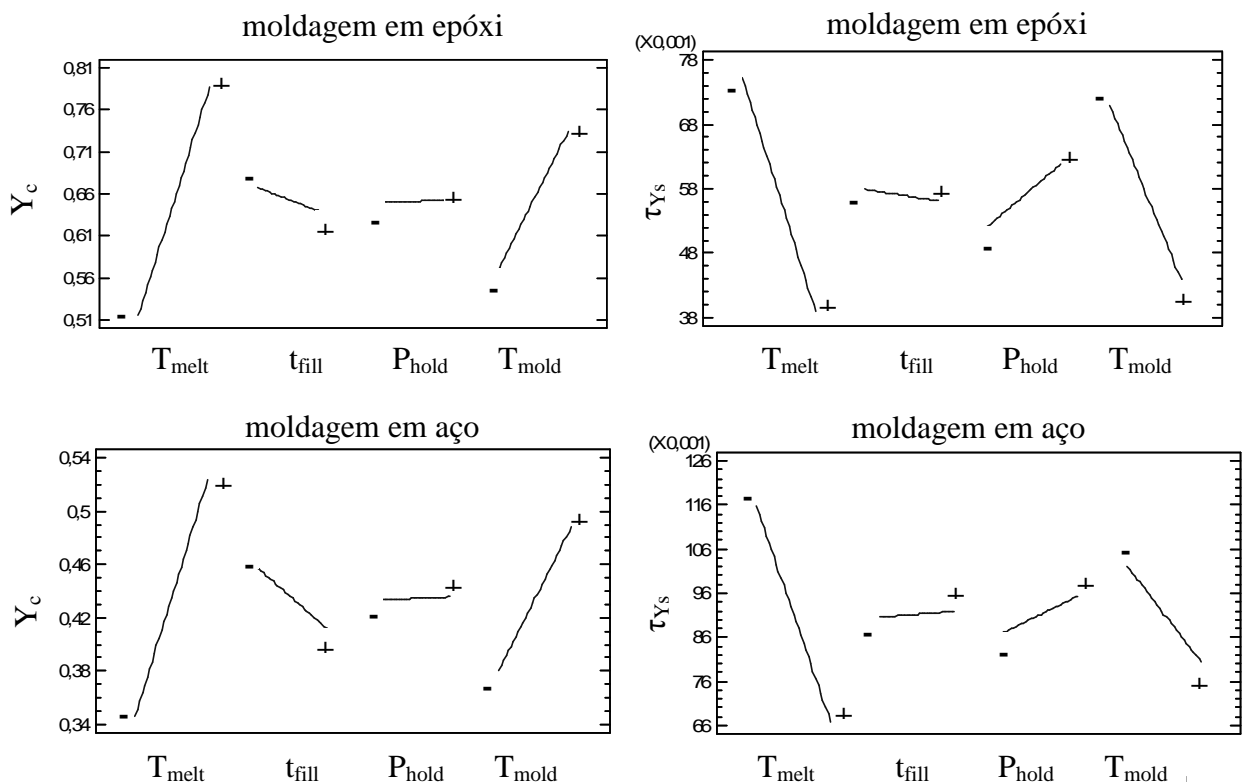


figura 7.6. Efeitos individuais dos parâmetros de injeção sobre o índice térmico ( $Y_c$ ) e o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) nas moldagens em epóxi e aço. Os valores apresentados no eixo y dos gráficos representam a média dos índices termomecânicos determinados para as condições em que o fator analisado tem, respectivamente, níveis baixo (-) e alto (+).

### 7.3 Análise da estrutura

#### 7.3.1 Densidade média da seção transversal

A densidade média da seção transversal ( $\rho_{yz}$ ) foi avaliada apenas na seção central dos corpos de prova, região de onde foram retiradas as amostras para os demais ensaios. A tabela 7.3 apresenta os resultados classificados quanto à condição experimental e o tipo de molde. A partir da densidade, estimou-se o grau de cristalinidade aparente ( $\chi_p$ ) por meio da equação 7.1, conforme procedimento empregado por LA CARRUBBA (2000), onde  $\rho_a$  e  $\rho_c$  são, respectivamente, as densidades equivalentes ao iPP amorfo e cristalino. Adotou-se os valores de  $\rho_a$  (0,86 g/cm<sup>3</sup>) e  $\rho_c$  (0,94 g/cm<sup>3</sup>) indicados por LA CARRUBBA (2000). Para efeitos de comparação, a tabela 7.3 ainda mostra o percentual referente à diferença entre  $\chi_p$  das peças injetadas em aço e epóxi.

$$\chi_p = \frac{(\rho_{yz} - \rho_a) * 100}{(\rho_c - \rho_a)} \quad \text{eq. 7.1}$$

tabela 7.3. Densidade média da seção transversal ( $\rho_{yz}$ ) e grau de cristalinidade aparente ( $\chi_p$ ) das peças de paredes espessas.

condição experimental	molde de aço			molde de epóxi (VRE)			$\chi_p$ epóxi/aço
	código da peça	$\rho_{yz}$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\chi_p$ (%)	código da peça	$\rho_{yz}$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\chi_p$ (%)	
LHLL	01	0,9028	53,4	17	0,9038	54,7	2,4%
HHHL	02	0,9019	52,4	18	0,9038	54,8	4,6%
HLLL	03	0,9030	53,7	19	0,9036	54,5	1,4%
LLHL	04	0,9031	53,9	20	0,9038	54,7	1,5%
HHLH	05	0,9039	54,8	21	0,9051	56,3	2,7%
LHHH	06	0,9037	54,6	22	0,9047	55,8	2,2%
LLLH	07	0,9037	54,6	23	0,9043	55,4	1,5%
HLHH	08	0,9027	53,3	24	0,9047	55,8	4,6%
IIII	09	0,9031	53,9	25	0,9044	55,5	3,1%
médias	-	0,9031	53,9	-	0,9042	55,3	2,7%

Comparando-se individualmente as condições experimentais, todas as amostras injetadas em epóxi apresentaram maior densidade do que as produzidas em aço (figura 7.7). Dependendo da condição experimental, as peças injetadas em epóxi são de 0,07 a 0,22 % mais densas do que as moldadas em aço. Desprezando-se uma possível contribuição da compactação da fase amorfa, tal resultado corresponde a variações de 1,5 a 4,5 % no grau de cristalinidade. O resultado era esperado, já que que taxas de resfriamento mais baixas tendem a favorecer a cristalização. Em termos absolutos, as amostras mais densas obtidas em aço apresentaram densidade muito

semelhante a das menos densas moldadas em epóxi. É o caso das amostras SHHLH, SLHHH e SLLLH, cujas densidades igualam ou superam as quatro amostras moldadas com o molde de epóxi a baixa temperatura.

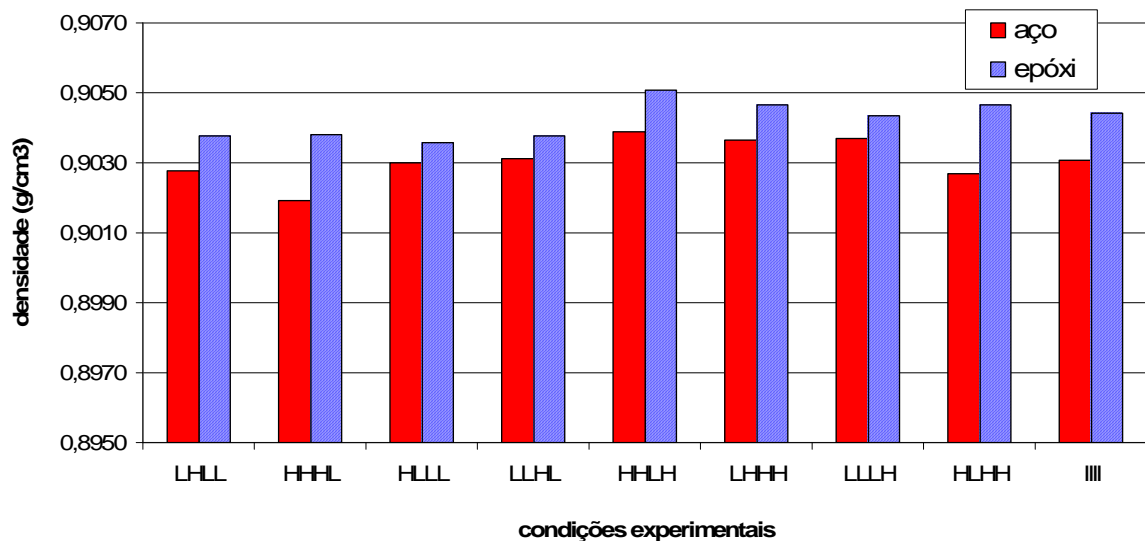


figura 7.7. Comparativo da densidade média da seção transversal de peças de parede espessa.

A forte influência de  $T_{\text{mold}}$  é confirmada pela ANAVA das respostas do planejamento fatorial  $2^{4-1}$  com ponto central e uma réplica, resumida na tabela 7.4. O gráfico da figura 7.8 mostra que, praticamente, apenas  $T_{\text{mold}}$  influencia a densidade das amostras moldadas em epóxi. Apesar de ser estatisticamente significativo, o efeito de  $t_{\text{fill}}$  é apenas ligeiramente superior ao erro experimental estimado para a coluna de gradiente e, assim, pode ser desconsiderado. O aumento da densidade com o molde sob alta temperatura é coerente com o esperado efeito da redução da taxa de resfriamento sobre o grau de cristalinidade.

Pelo mesmo motivo, esperava-se uma forte influência de  $T_{\text{melt}}$ . Uma possível explicação baseia-se no fato do nível baixo de  $T_{\text{melt}}$  (180 °C) estar relativamente próximo da temperatura de cristalização (135 °C) e poucos graus acima da temperatura de fusão. Nestas circunstâncias, WRIGHT *et al.* (1988) afirmam que o fundido ainda contém uma razoável quantidade de pequenos cristais, que atuam como nucleadores. Assim, o possível aumento na taxa de nucleação com  $T_{\text{melt}}$  no nível baixo compensaria o efeito de  $T_{\text{melt}}$  alta quanto ao crescimento dos cristais. Contudo, esse raciocínio carece de comprovação experimental.

Para as amostras dos moldados em aço, a figura 7.9 indica que  $T_{\text{mold}}$  também foi o fator mais importante, mas  $T_{\text{melt}}$  e  $P_{\text{hold}}$  também tem grande influência na densidade. Contudo, ao contrário do clássico raciocínio de chão-de-fábrica, seus aumentos reduziram a densidade. Ainda em relação às peças injetadas em aço, o efeito somado das interações  $T_{\text{melt}}-P_{\text{hold}}$  e  $T_{\text{mold}}-t_{\text{fill}}$  também foi significativo. Como  $t_{\text{fill}}$  não influenciou a densidade, é mais sensato presumir que a interação responsável pelo efeito é  $T_{\text{melt}}-P_{\text{hold}}$ .

A relação da densidade com a  $P_{\text{hold}}$  é relativamente complexa. Se, por um lado, é notório que a aplicação de pressão durante a cristalização reduz a mobilidade molecular e, com isso, o grau de cristalinidade (HE e ZOLLER, 1994; KALAY e BEVIS, 1997; LA CARRUBBA, 2000), por outro, a aplicação de pressão antes do início da cristalização aumenta a densidade do material amorfo, devido à redução do volume livre entre as moléculas (WIMBERGER-FRIEDL, 1995). Além disso, REISHANGEN (1973) *apud* VIANA *et al.* (2002) e FLEISCHMANN *apud* ZIPPER *et al.* (1996) verificaram que a pressão aumenta a densidade de nucleação cristalina e gera esferulitos menores, o que costuma diminuir o grau de cristalinidade (FUJIYAMA, 1997; VIANA *et al.*, 2002). Deste modo, o efeito da redução da mobilidade molecular parece ter sido significativo para as amostras injetadas em aço. Neste caso, o considerável efeito da interação  $T_{\text{melt}}-P_{\text{hold}}$  apoiaria a idéia de que a temperatura de injeção mais alta não tem influência direta sobre a densidade, mas colabora para que o aumento da compressibilidade do material amplie o efeito de  $P_{\text{hold}}$ .

tabela 7.4. ANAVA para a densidade: moldagem em aço à esquerda e em epóxi à direita. Os efeitos com significado estatístico (95 % de confiança) são salientados em negrito.

moldagem em aço						moldagem em epóxi					
<i>fonte</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>P</i>	<i>fonte</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>P</i>
<b>A:T_melt</b>	8,19E-07	1	8,19E-07	56,18	<b>0,0001</b>	<b>A:T_melt</b>	8,41E-08	1	8,41E-08	2,19	0,172
<b>B:t_fill</b>	1,96E-08	1	1,96E-08	1,34	0,273	<b>B:t_fill</b>	2,16E-07	1	2,16E-07	5,64	<b>0,041</b>
<b>C:P_hold</b>	6,4E-09	1	9,12E-07	62,56	<b>0,0001</b>	<b>C:P_hold</b>	6,40E-09	1	6,40E-09	0,17	0,692
<b>D:T_mold</b>	2,46E-06	1	2,46E-06	169,0	<b>0,0001</b>	<b>D:T_mold</b>	3,55E-06	1	3,55E-06	92,63	<b>0,0001</b>
<b>AB</b>	6,25E-08	1	6,25E-08	4,29	<b>0,065</b>	<b>AB</b>	3,06E-08	1	3,06E-08	0,8	0,394
<b>AC</b>	1,73E-06	1	1,73E-06	118,6	<b>0,0001</b>	<b>AC</b>	5,76E-08	1	5,76E-08	1,5	0,251
<b>BC</b>	6,40E-09	1	6,40E-09	0,44	0,522	<b>BC</b>	1,81E-07	1	1,81E-07	4,71	0,058
<b>Erro</b>	1,46E-07	10	1,46E-08			<b>Erro</b>	3,90E-07	10	3,90E-08		
<b>Total</b>	6,16E-06	17				<b>Total</b>	4,52E-06	17			
<b>R<sup>2</sup></b>	0,97					<b>R<sup>2</sup></b>	0,92				

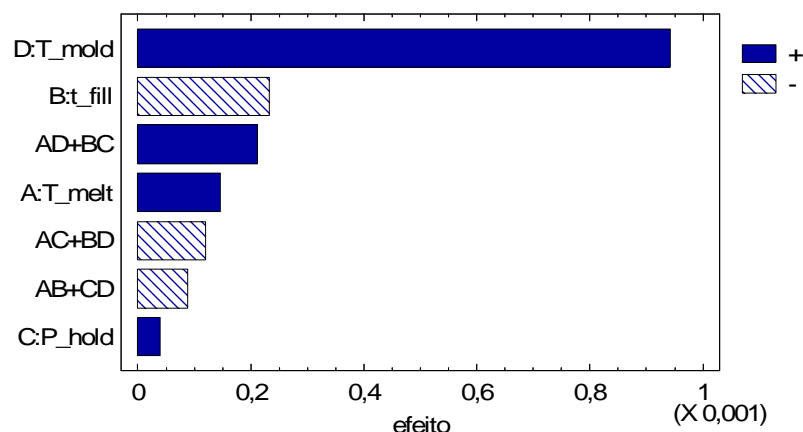


figura 7.8. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a densidade média da seção transversal das peças de parede espessa.

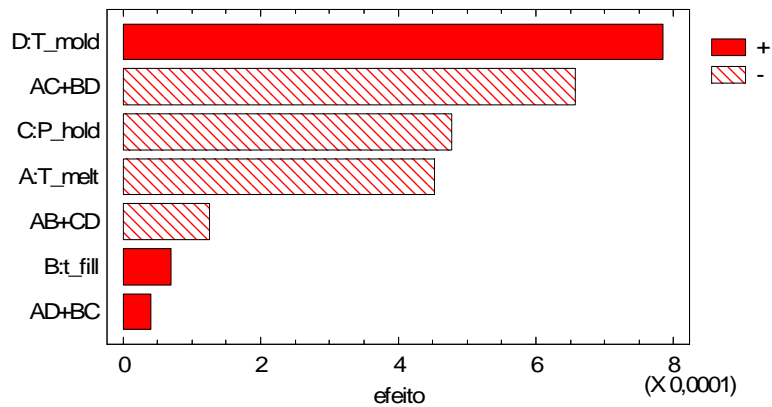


figura 7.9. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a densidade média da seção transversal das peças de parede espessa.

Quanto à discrepância dos resultados entre os dois tipos de moldes, duas são as suposições: 1) se a densidade destacadamente baixa de SHHHL(02) — processada com  $T_{melt}$  e  $P_{hold}$  em níveis altos — decorresse de erro de medição, ela distorceria substancialmente a estimativa dos efeitos do processamento em molde de aço; 2) o efeito da temperatura de injeção verificado na moldagem em aço seria mascarado pelo efeito da baixa capacidade de remoção de calor do molde VRE.

Em relação aos índices termomecânicos determinados via simulação, os resultados de densidade não se correlacionam com  $\tau_{Ys}$ , mas exibiram um comportamento linear com  $Y_c$ , ainda que com um coeficiente de regressão linear relativamente baixo (figura 7.10). A figura 7.11 mostra que a densidade ajusta-se melhor à temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ), um dos componentes da equação que define o índice térmico  $Y_c$  e que é proporcional à taxa de resfriamento.

Nos dois gráficos, o ponto que mais se afasta da reta é SHHHL(02), que possui uma densidade destacadamente inferior às demais e apresenta uma textura muito refinada na zona de transição, conforme já comentado anteriormente. Aparentemente, a pressão de recalque teve influência similar à da taxa de resfriamento na microestrutura dessa peça. Assim, o valor de  $Y_c$  perderia a correspondência com a microestrutura, pois seu cálculo considerou um valor fixo para a temperatura de cristalização. Esse raciocínio é reforçado pelo comportamento da amostra SHLHH(08), igualmente injetada sob alta  $P_{hold}$  e alta  $T_{melt}$ , que apresentou o segundo maior desvio da reta.

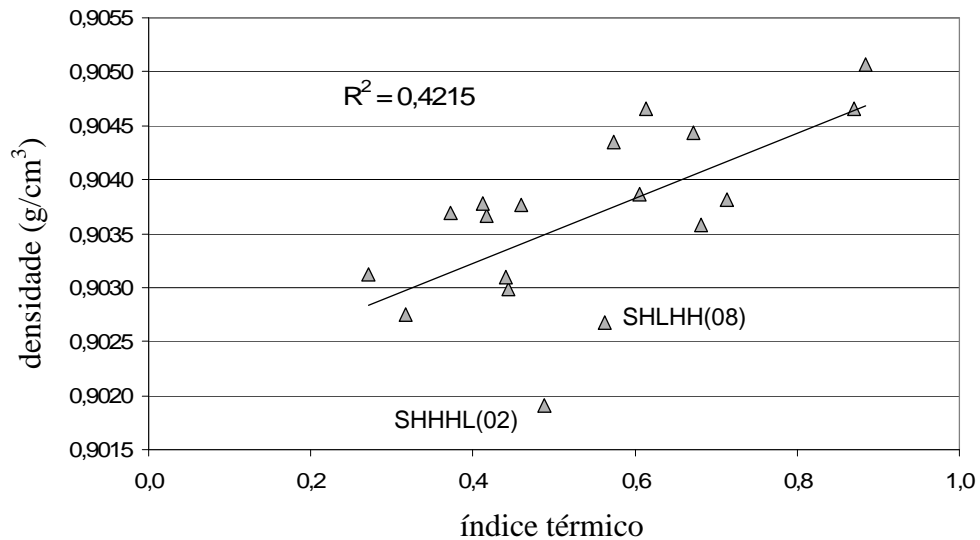


figura 7.10. Correlação entre a densidade e o índice térmico ( $Y_c$ ) das peças de paredes espessas injetadas em moldes de aço e epóxi. O gráfico considera a amostragem total das condições de processo, sem discernir moldados em aço e epóxi.

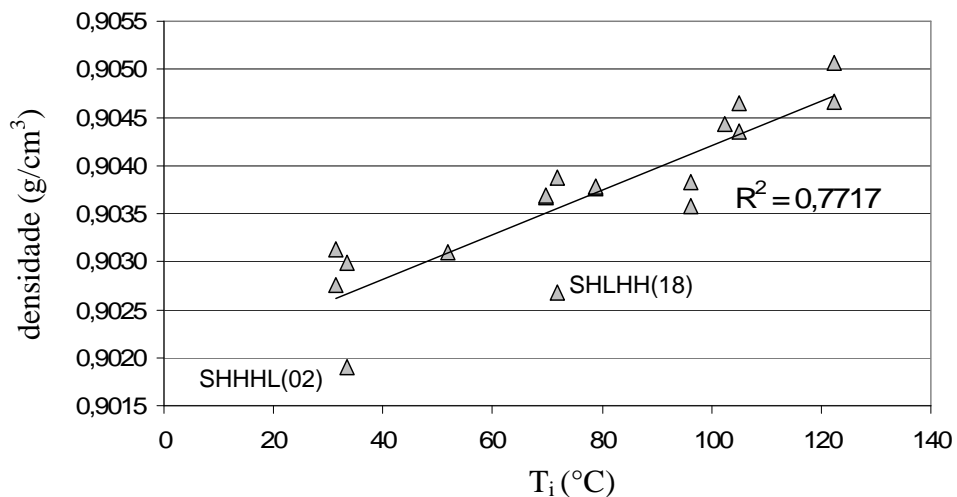


figura 7.11. Correlação entre a densidade e a temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ) das peças de paredes espessas injetadas em moldes de aço e epóxi. O gráfico considera a amostragem total das condições de processo, sem discernir moldados em aço e epóxi.

### 7.3.2 Resultados da microscopia ótica de luz polarizada (MOLP)

A análise via microscopia ótica visou à identificação qualitativa da distribuição estrutural e à avaliação quantitativa da espessura da pele.

#### Distribuição estrutural

A figura 7.12 mostra uma comparação geral das micrografias de todas as amostras. Nota-se a distribuição básica pele-núcleo-pele que caracteriza o iPP injetado. Mesmo com o relativamente baixo peso molecular do iPP XM6150K, de onde se pode esperar menores níveis de orientação molecular na superfície das peças (FUJIYAMA *et al.*, 1999; ZIPPER *et al.*, 1996;

STREBEL *et al.*, 2004), a pele é bastante birrefringente em algumas amostras, facilitando a identificação de seus limites.

Embora a magnificação de 5 vezes das micrografias da figura 7.12 ainda não revele muitas informações sobre as características da pele, pode-se observar uma clara relação do nível alto de  $P_{hold}$  com a presença de uma estreita faixa escura paralela ao fluxo, exatamente no centro do núcleo das peças moldadas em ambos os tipos de molde. Essa relação é evidenciada e exemplificada na figura 7.13, que compara amostras com nível alto e baixo de  $P_{hold}$ . O núcleo da peça ELHHH (figura 7.13) é muito semelhante ao mostrado por STREBEL *et al.* (2004) na figura 2.7, onde a estreita faixa central possui um menor nível de orientação molecular.

A figura 7.14 (amostra SLHLL) exemplifica a prática utilizada para o reconhecimento de camadas estruturais via MOLP. Inicialmente, fez-se uma diferenciação qualitativa do nível de birrefringência das estruturas. Com a direção do fluxo (DF) orientada a  $45^\circ$  em relação aos polarizadores, a espessura da pele (camada 1) foi definida pelo limite da zona altamente birrefringente. Conforme mostrado na figura 7.13, o limite da faixa central escura definiu os limites entre a zona de transição (2) e o núcleo (3). Na grande maioria das amostras, ainda foi possível dividir a zona de transição em duas regiões com diferente nível de birrefringência e/ou mudanças marcadas nas formas e texturas aparentes das estruturas (2a e 2b), o que sugere que haja substanciais diferenças morfológicas entre elas.

A distribuição geral de camadas das peças injetadas em aço é mostrada na figura 7.15 e, para as moldagens em epóxi, na figura 7.16. Todas as micrografias tem magnificação de 5x e foram tomadas com as amostras posicionadas a  $45^\circ$  em relação ao polarizador, à exceção da SLLHL que, por isso, parece ter a pele pouco birrefringente. A régua com divisões de  $50\mu\text{m}$  na parte superior das micrografias é apenas uma referência e não foi usada para a medição de espessura das camadas.

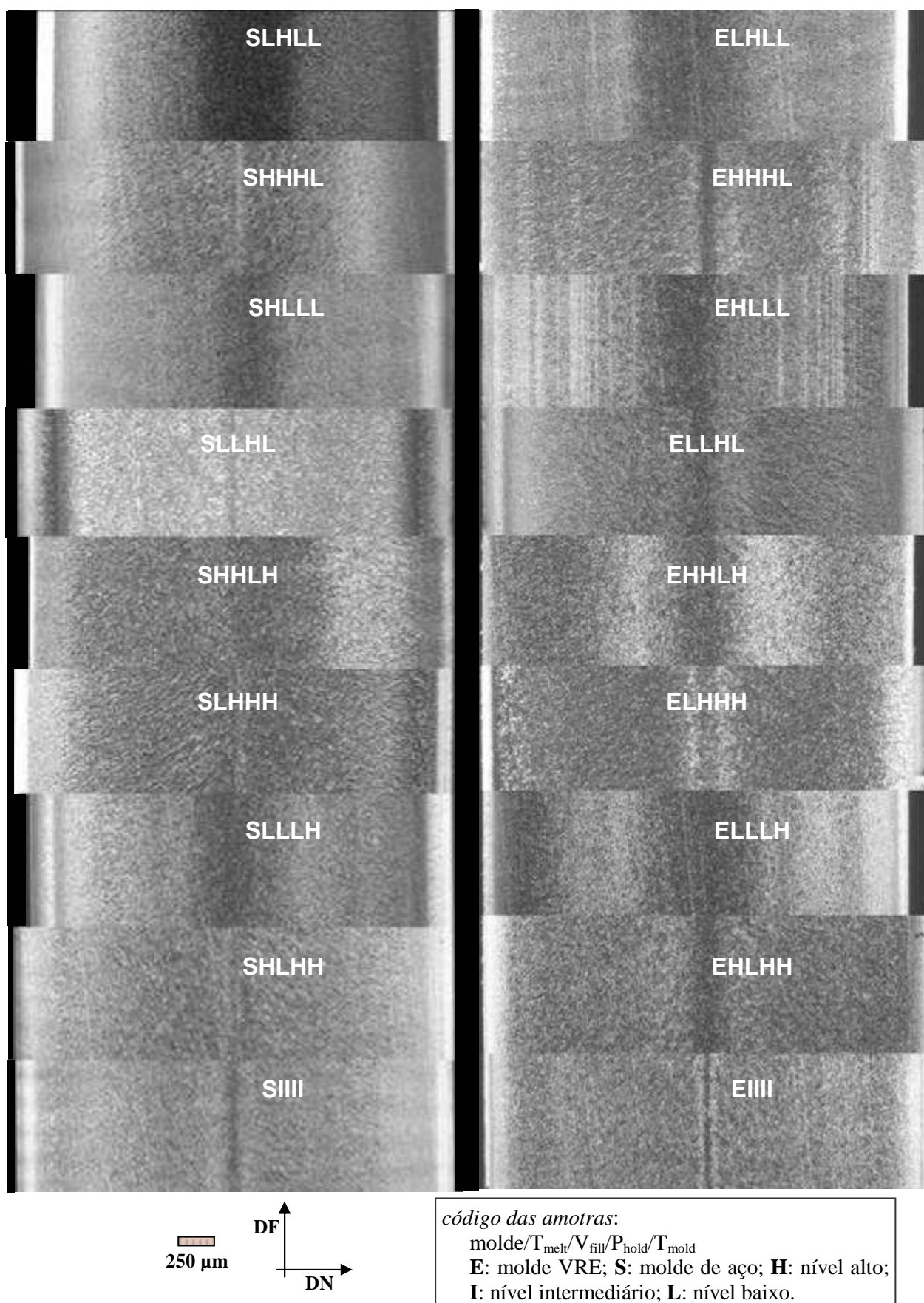


figura 7.12. Micrografias da seção DF-DN de peças de paredes espessas injetadas em aço (à esquerda) e epóxi (à direita). Magnificação de 5x. A direção do fluxo é indicada por DF.



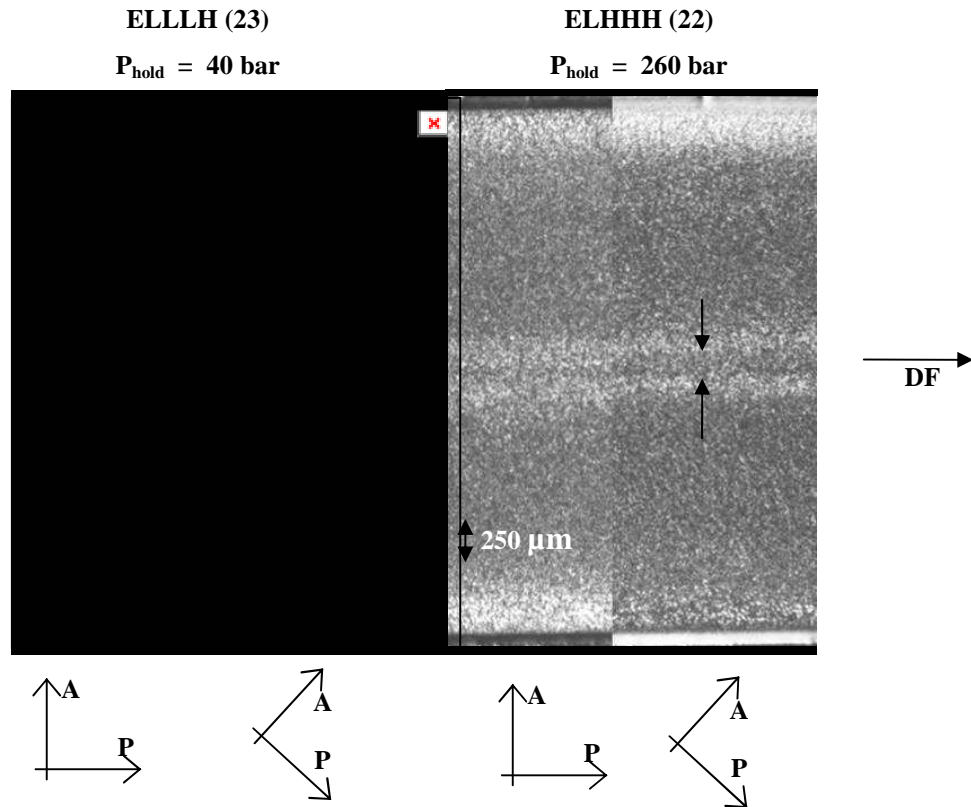


figura 7.13. Comparação da espessura do núcleo de peças injetadas com alta e baixa pressão de recalque em molde de epóxi. Micrografias com magnificação de 5x. A orientação da amostra em relação aos eixos dos polarizadores cruzados (A e P) é indicada abaixo de cada micrografia.

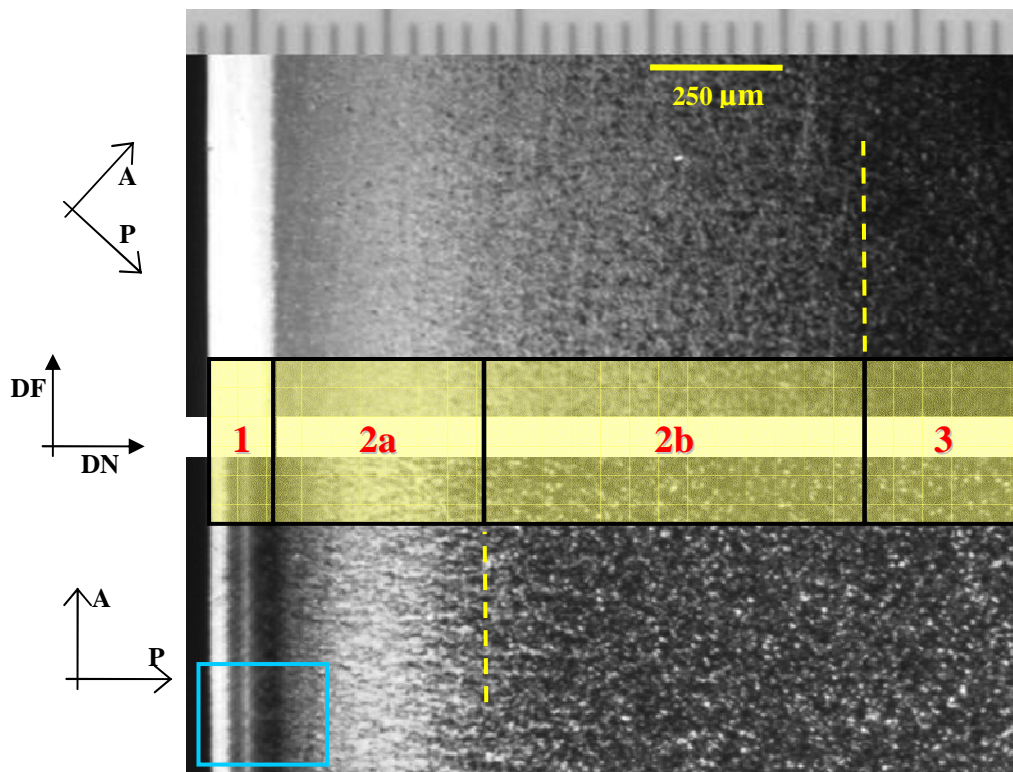


figura 7.14. Esquema-exemplo da prática de identificação das camadas morfológicas. Distribuição geral da superfície (borda esquerda) até o centro da amostra (borda direita): 1) pele, 2a) zona de transição a, 2b) zona de transição b, 3) núcleo. Magnificação de 5x. A região do quadro (canto inferior esquerdo) é detalhada na figura 7.17.

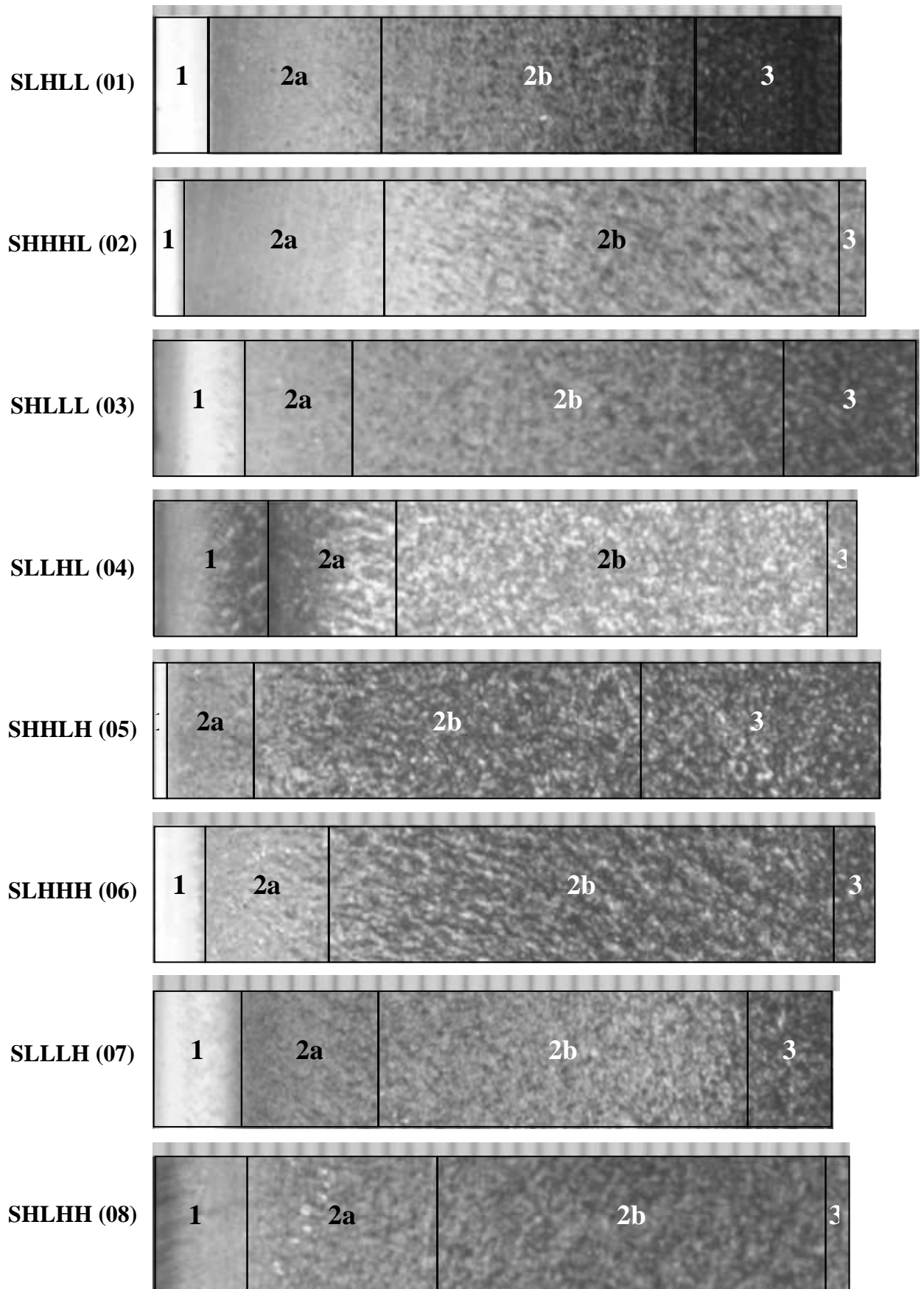


figura 7.15. Distribuição estrutural esquemática sobreposta a micrografias (magnificação de 5x.) que mostram a estrutura desde a superfície (borda esquerda) até a metade da espessura (borda direita) de cada amostra de parede espessa injetada em aço.

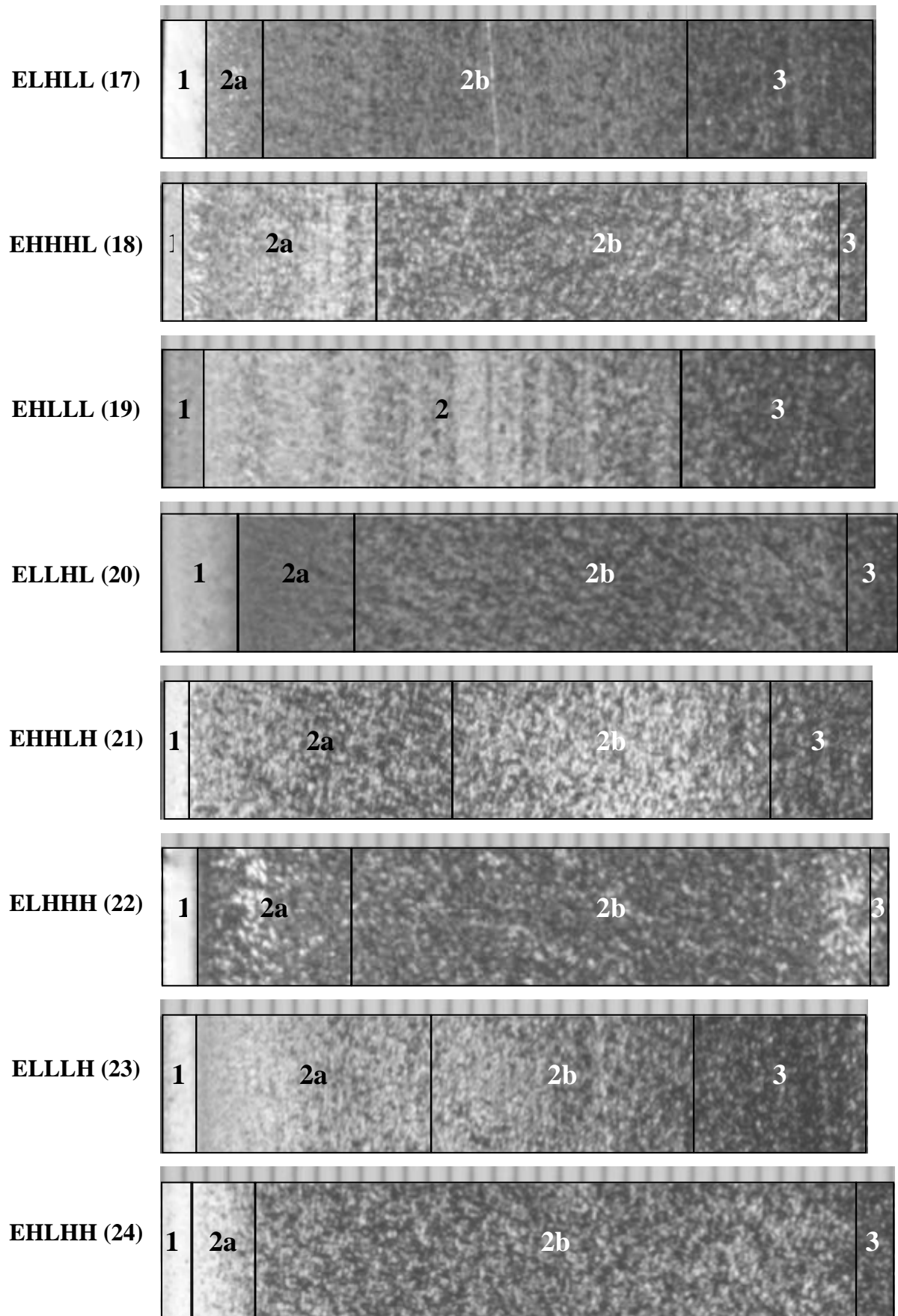


figura 7.16. Distribuição estrutural esquemática sobreposta a micrografias (magnificação de 5x.) que mostram a estrutura desde a superfície (borda esquerda) até a metade da espessura (borda direita) de cada amostra de parede espessa injetada em epóxi.

O exame mais atencioso da pele revela suas subcamadas, como mostra a figura 7.17. Nota-se claramente que a pele da amostra SLHLL subdivide-se em 3 zonas distintas: 1a, 1b e 1c. Por comparação com o apresentado na seção 2.2, essas zonas assemelham-se, respectivamente, às camadas 1a (superficial), 1b (esferulítica refinada) e 1c/Id (de cisalhamento) descritas. A figura 7.17 ainda revela uma faixa escura e com aparência finamente esferulítica logo abaixo da camada 1c, mas que não foi considerada como parte integrante da pele por ter birrefringência muito mais fraca do que 1a, 1b e 1c. Além dessa faixa, pode-se notar uma zona onde aparecem esferulitos muito birrefringentes, identificados como sendo do tipo III- $\beta$  e semelhantes ao mostrado por KADOTA *et al.* (1998) como sendo uma zona transcristalina (figura 2.8).

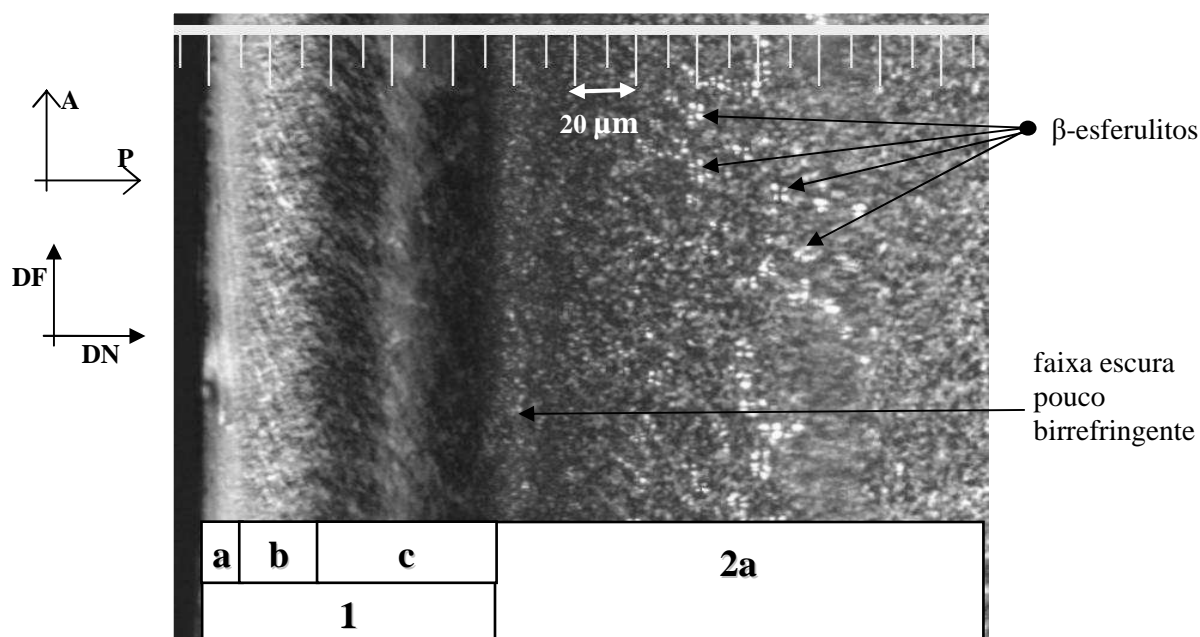


figura 7.17. Subcamadas da pele para a amostra SLHLL(01), na região do quadro mostrado na figura 7.14: 1a) camada superficial, 1b) camada esferulítica refinada, 1c) camada de cisalhamento. 2a é a região mais externa da zona de transição. Magnificação de 20x.

A distribuição de camadas apresentada pela amostra SLHLL (01) na figura 7.17 não foi tão completa e evidente em todas as amostras. Das peças injetadas em aço, um padrão semelhante de distribuição estrutural da pele foi encontrado para as combinações experimentais, SLLHL(04), SLLLH(07), SHLHH(08) e SIIII(09), embora com níveis de birrefringência inferiores na da faixa escura (1c), como pode ser visto na figura 7.18.

Em SLHHH (06), a faixa escura da pele é larga, bastante evidente, e tão birrefringente quanto em SLHLL (01) quando a amostra é observada com a direção do fluxo a 45 ° do polarizador. Essas duas condições de maior birrefringência formam o único par processado simultaneamente com baixa temperatura de injeção e alta velocidade de injeção.

Mas, assim como em SHHLH(05), a faixa 1a de SLHHH (06) é muito estreita ou até mesmo inexistente (figura 7.19). Essas duas condições experimentais são as únicas a ter em

comum os altos valores de temperatura do molde e velocidade de injeção. A grande diferença de espessura da pele pode ser atribuída à temperatura de injeção, mais baixa para SLHHH (06). Nota-se também a formação de  $\beta$ -esferulitos no limite pele-transição nas duas amostras, mas em quantidade bem maior em SLHHH(06).

Em SHHHL (02) e SHLLL(03), a faixa escura é bem mais sutil e pouco birrefringente a  $45^\circ$ . Isso sugere que não haja uma distinção de nível de orientação na pele, sem a subcamada mais orientada 1c. Além disso, em SHHHL (02), a zona 2 é bem menos texturizada do que nas demais, como mostra a figura 7.20. Em comum, essas amostras têm os níveis de temperatura de injeção e do molde, com diferente velocidade de injeção.

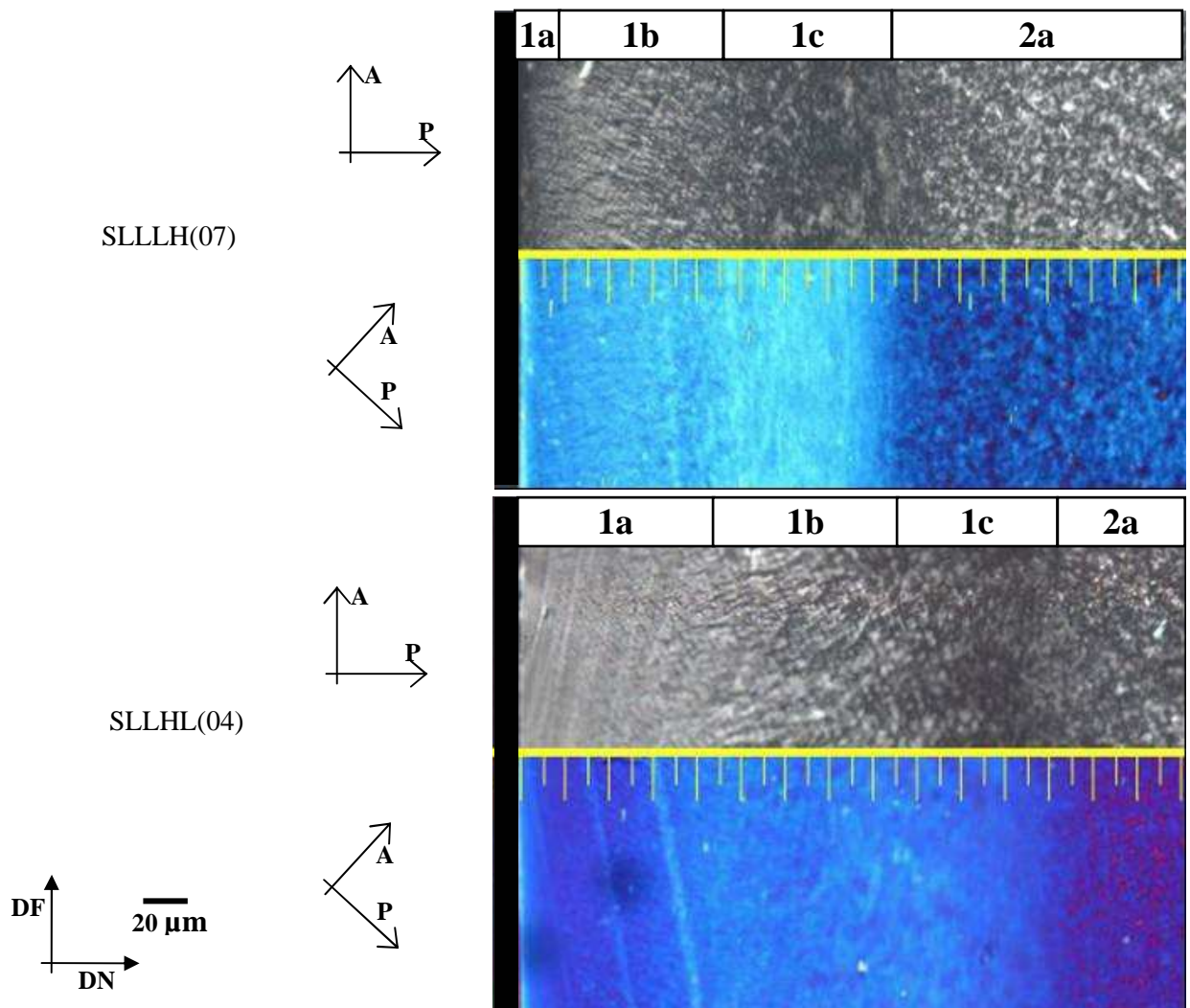


figura 7.18. Micrografias da pele das amostras SLLLH(07) e SLLHL(04). Magnificação de 20x.



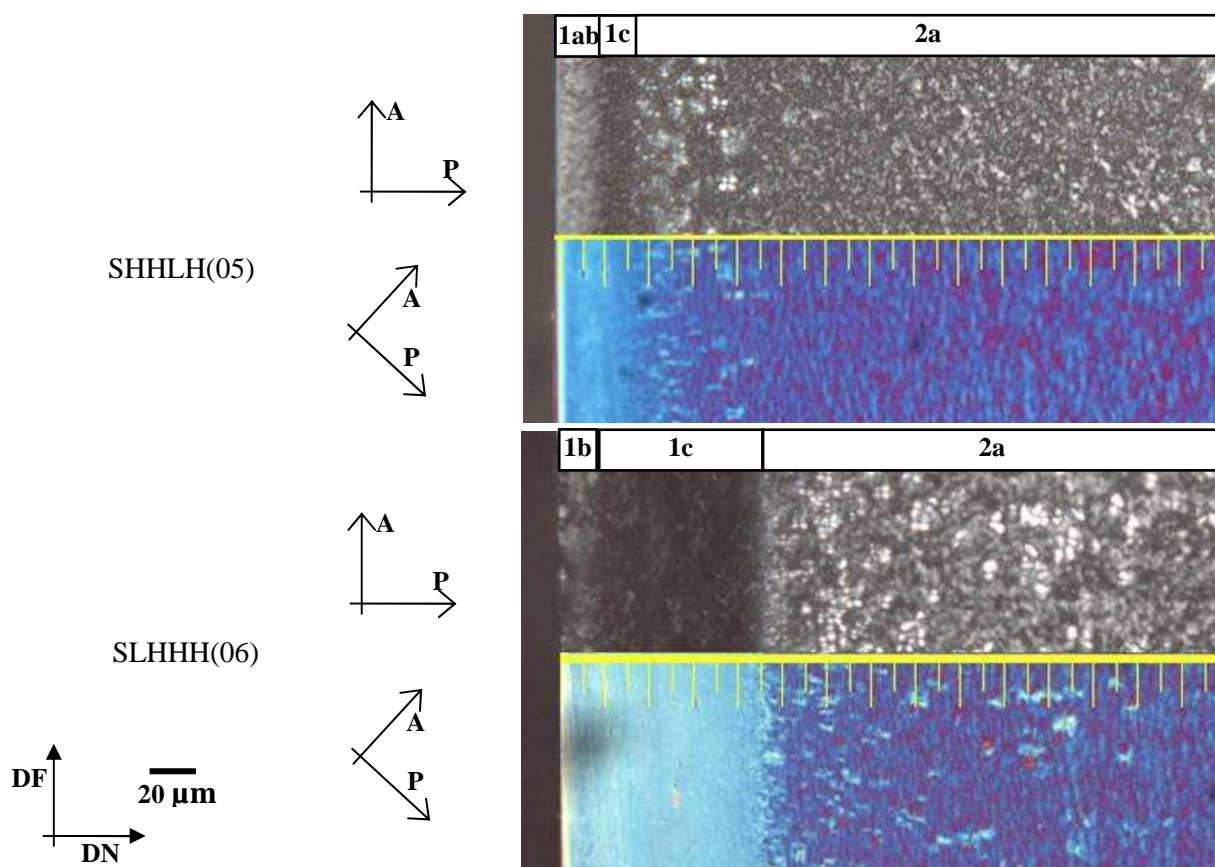


figura 7.19. Micrografias da pele das amostras SHHLH(05) e SLHHH(06). Magnificação de 20x.

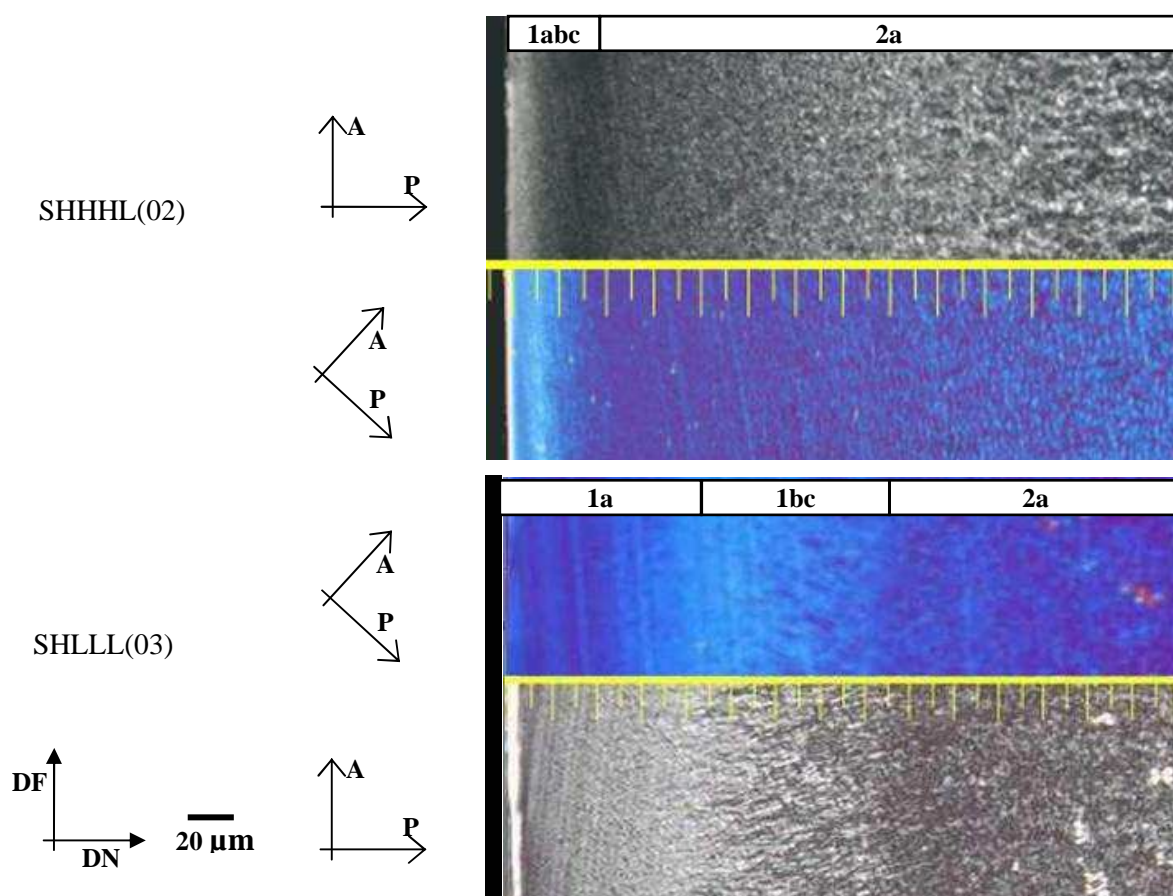


figura 7.20. Micrografias da pele das amostras SHHHL (02) e SHLLL(03). Magnificação de 20x.

Nas peças moldadas em epóxi, a distribuição de camadas segue três diferentes padrões, mostrados na figura 7.21.

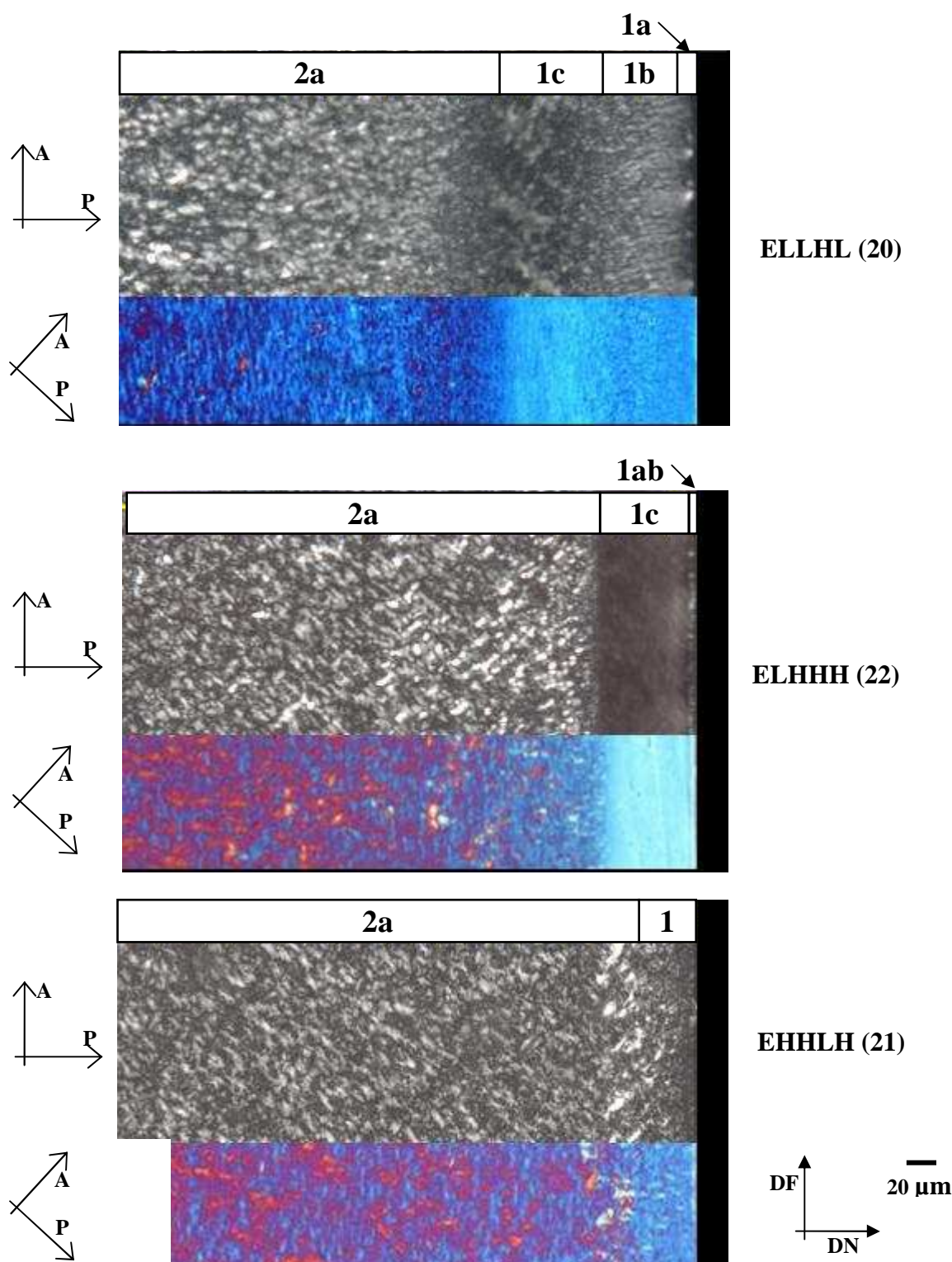


figura 7.21. Variações na distribuição de camadas da pele em 3 condições experimentais para a moldagem em epóxi. Magnificação de 20x.

O primeiro padrão, exemplificado pela amostra ELLHL(20), se caracteriza por apresentar a camada de cisalhamento 1c pouco birrefringente e afastada da parede. ELLHL(20) mostra as três subcamadas da pele bem definidas, enquanto a amostra ELLH(23) (não representada na

figura 7.21), igualmente processada com baixa temperatura e velocidade de injeção, mas com temperatura do molde mais alta, é um pouco menos birrefringente e não apresenta a camada 1a. O mesmo ocorre com EHLL(19), para a qual a camada 1c é ainda um pouco menos definida. De fato, afora ELLHL(20), todas as amostras injetadas em epóxi a pele se apresenta granulosa já na primeira camada, em contraste à textura lisa observada junto a parede do molde de aço.

A amostra ELHHH(22) mostra um segundo padrão, no qual já não se pode distinguir as camadas 1a e 1b, mas que tem 1c bastante evidente. Essa subcamada tem aparência lisa na posição de extinção e uma forte birrefringência a  $45^\circ$  do polarizador. A outra amostra processada com baixa temperatura de injeção e alta velocidade, ELHLL(17) também se enquadra nesse padrão. A birrefringência da pele dessas amostras é praticamente tão intensa quanto a das amostras injetadas sob as mesmas condições no molde de aço. Embora menos birrefringente, EHHHL(18) mostra um padrão semelhante (ver figura 7.22).

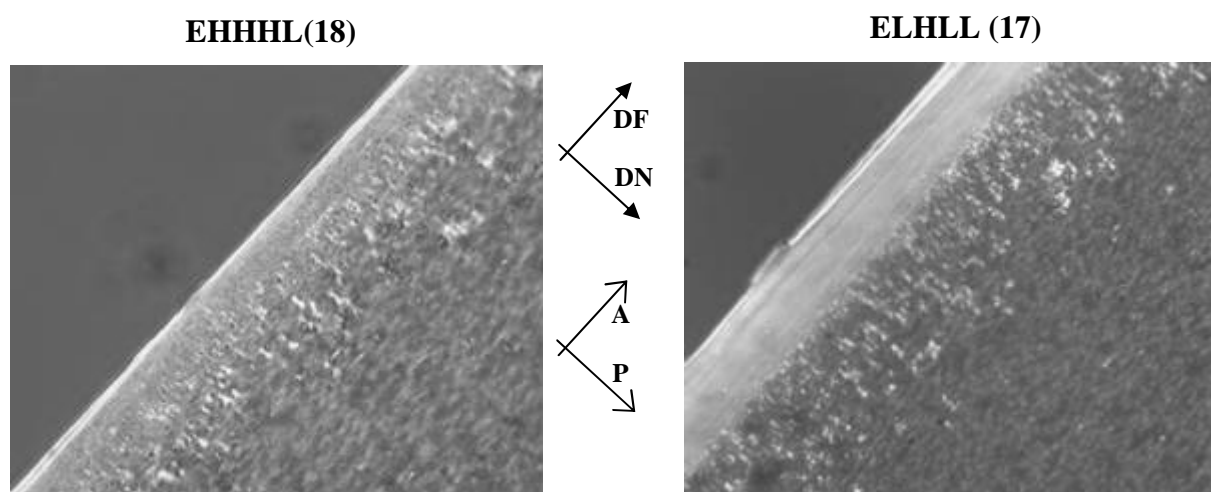


figura 7.22. Micrografias salientando a diferença de birrefringência e textura da pele das amostras ELHLL(17) e EHHHL(18). Magnificação de 20x.

No terceiro padrão, representado pela amostra EHHLH (21), não se nota a faixa escura que caracteriza a zona 1c, não há distinção clara entre as camadas 1a e 1b e a aparência mais granulosa sugere esferulitos maiores do que no primeiro padrão. A birrefringência é mais fraca do que nos primeiros padrões, sinalizando um menor nível de orientação molecular. A amostra EHLHH (24) é praticamente idêntica, mas um pouco mais birrefringente. No caso específico da amostra EHHLH (21), observa-se a formação de  $\beta$ -esferulitos aparentemente alongados na direção do fluxo, no limite da pele.

Em geral, a ocorrência de  $\beta$ -esferulitos foi mais intensa e freqüente nas peças injetadas em epóxi do que nas em aço, especialmente nas amostras ELHHH(22) ELHLL(17) EHHHL(18), todas processadas com alta velocidade de injeção (baixo  $t_{fill}$ ).



## Espessura da pele

Os resultados mostrados na tabela 7.5 são expressos em termos da espessura absoluta da pele  $\theta_s$  e do percentual da espessura da amostra a que corresponde a soma das duas peles, doravante chamada de “razão pele/núcleo” e dada pela equação 7.1, onde  $\theta_T$  é a espessura total da amostra, medida diretamente pela régua impressa na lente ocular do microscópio:

$$\theta_{s/T} = \frac{2 \cdot \theta_s}{\theta_T} \quad \text{eq. 7.1}$$

A figura 7.23 compara graficamente os valores de  $\theta_{s/T}$  entre as moldagens em aço e epóxi. Conforme esperado, em função das propriedades térmicas dos moldes, nas peças injetadas em epóxi a espessura da pele é menor (cerca de 50 %). A pele teve espessura similar apenas para a condição HHLH, ou seja, quando as temperaturas do molde e do iPP estavam no nível mais alto e a velocidade de injeção era alta.

tabela 7.5. Espessura da pele ( $\theta_s$ ) e razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) das amostras de parede espessa.

condição experimental	molde de aço				molde de epóxi (VRE)			
	código da peça	$\theta_T$ (μm)	$\theta_s$ (μm)	$\theta_{s/T}$	código da peça	$\theta_T$ (μm)	$\theta_s$ (μm)	$\theta_{s/T}$
LHLL	01	3065	110	0,07	17	3190	70	0,04
HHHL	02	3161	60	0,04	18	3277	30	0,02
HLLL	03	3066	180	0,12	19	3192	90	0,06
LLHL	04	3138	250	0,16	20	3286	150	0,09
HHLH	05	3037	40	0,03	21	3178	40	0,03
LHHH	06	3093	95	0,06	22	3247	70	0,04
LLLH	07	3030	180	0,12	23	3173	80	0,05
HLHH	08	3095	180	0,12	24	3254	60	0,04
III	09	3086	110	0,07	25	3191	40	0,03
média	-	-	134	0,09	-	-	66	0,04

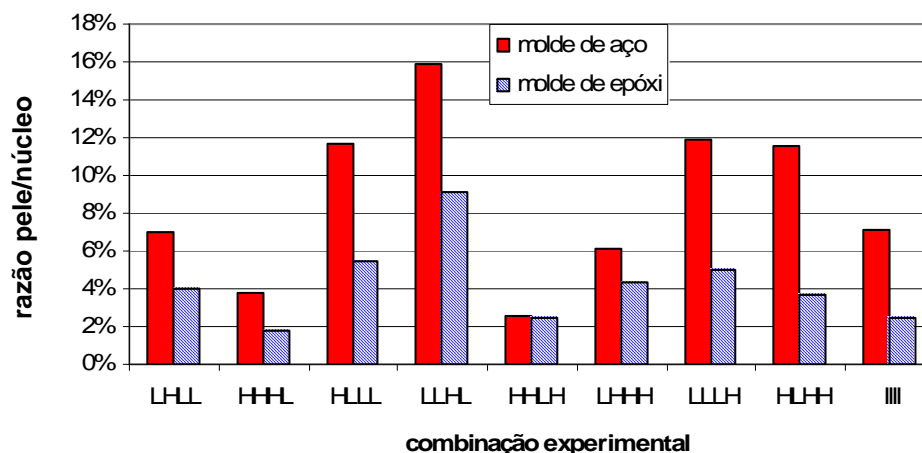


figura 7.23. Comparação da espessura da pele de peças de parede espessa injetadas em moldes de aço e epóxi. Os valores são expressos pelo percentual da espessura formado pela pele (razão pele/núcleo x 100).

A relação da espessura da pele com os parâmetros de moldagem são melhor compreendidos pela observação das estimativas dos efeitos e dos resultados das respectivas ANAVAs. Os gráficos da figura 7.24 mostram que o efeito de  $P_{\text{hold}}$  na espessura da pele das peças injetadas em aço é o menor dentre os quatro fatores de primeira ordem, enquanto nas moldagens em epóxi, seu efeito é praticamente desprezível, uma vez que é inferior ao próprio erro de medição, estimado em cerca de 10  $\mu\text{m}$ .

Como já citado, a pressão de recalque afeta o perfil de distribuição de orientação molecular através da espessura. Embora alguns autores tenham reportado consequências morfológicas da etapa de recalque sobre a pele (ZIPPER *et al.*, 1996; TROTIGNON E VERDU, 1990), a maioria dos trabalhos explica sua formação por um conjunto de fenômenos termomecânicos referentes exclusivamente ao preenchimento da cavidade e mostra que a espessura da pele não é alterada significativamente pela pressão de recalque (FUJIYAMA *apud* KARGER-KOCSIS, 1997; ZUIDEMA, 2000; PONTES *et al.*, 2002; CHOI e WHITE, 2002; CERMAK *et al.*, 2005). SJÖNELL *et al.* (1995) verificaram que a pressão de recalque aumenta a orientação molecular, mas não na camada Ic da pele, mas na zona de transição. A nomenclatura usada SJÖNELL *et al.* (1995) pode, no entanto, causar confusão já que a zona de cisalhamento foi chamada de *subskin* e a zona de transição de *shear layer*.

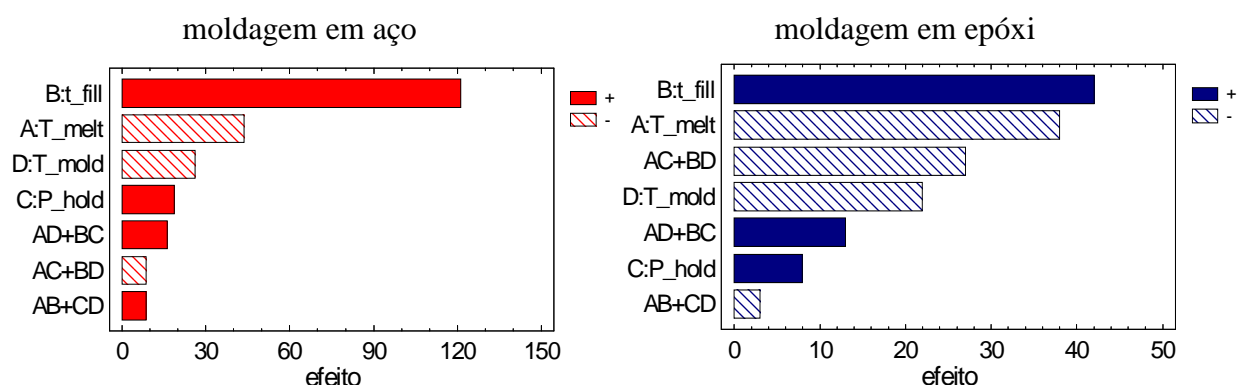


figura 7.24. Gráficos de pareto para os efeitos dos fatores sobre a espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede espessa injetadas em aço (à esquerda) e epóxi (à direita). Experimento fatorial fracionado  $2^{4-1}$ .

Portanto, se o efeito de  $P_{\text{hold}}$  sobre a espessura da pele pode ser desconsiderado, é possível construir um experimento fatorial completo com 3 fatores e dois níveis ( $2^3 = 8$ ), mais ponto central, utilizando-se os mesmos 9 tratamentos do planejamento original. A reorganização dos resultados permite estimar isoladamente os efeitos das interações entre fatores.

Os gráficos da figura 7.25 mostram que os parâmetros de moldagem afetam a formação da pele de forma semelhante nas moldagens em aço e epóxi. Para o molde de aço, além de uma maior magnitude geral dos efeitos,  $t_{\text{fill}}$  é destacadamente o fator que mais contribui para o aumento da espessura da pele, seguido pelos efeitos inversos de  $T_{\text{melt}}$  e  $T_{\text{mold}}$ . Em relação ao

processamento em moldes em aço, estes resultados têm tendências de comportamento e importâncias relativas em concordância com a literatura (BRITO *et al.* 1991; FUJIYAMA *apud* KARGER-KOCSIS, 1997; GUO *et al.*, 1999; ZUIDEMA (2000); VIANA *et al.*, 2002).

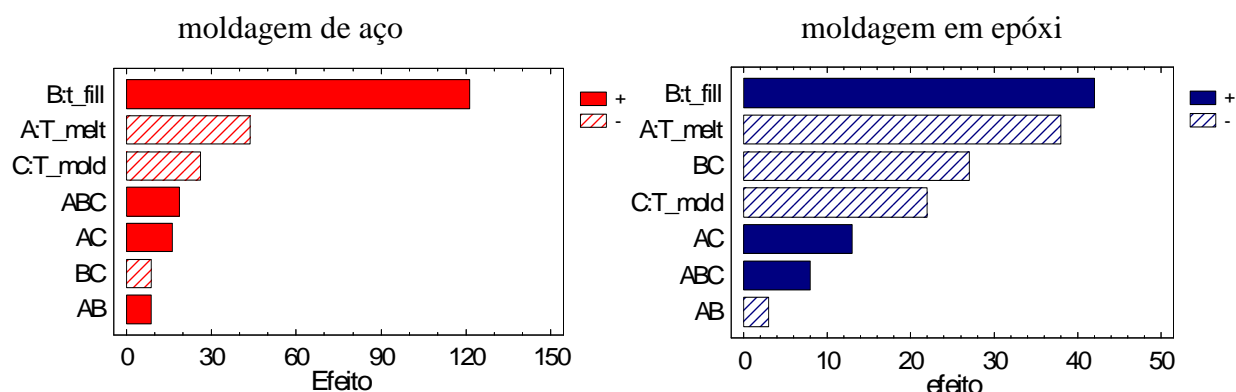


figura 7.25. Gráficos de pareto para os efeitos dos fatores sobre a espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças espessas injetadas em aço (à esquerda) e epóxi (à direita). Experimento fatorial completo  $2^3$ .

O processamento em molde VRE mostra as mesmas tendências, mas é bem menos dependente de  $t_{fill}$  do que a moldagem em aço. Enquanto o efeito de  $T_{mold}$  e  $T_{melt}$  têm magnitudes semelhantes à da moldagem em aço, o efeito de  $t_{fill}$  é aparentemente reduzido a 30% e fica atrás de  $T_{melt}$  em importância. No entanto, a importância de  $t_{fill}$  é melhor compreendida quando se analisa o efeito de sua interação com  $T_{mold}$ , como mostra a figura 7.26. Quando  $T_{mold}$  é 25 °C, o efeito de  $t_{fill}$  é maior do que o efeito geral de  $T_{melt}$ . Porém, quando o  $T_{mold}$  é 65 °C,  $t_{fill}$  tem um efeito pouco significativo. Ou seja, a baixa capacidade de remoção de calor do molde VRE faz com que o efeito da menor velocidade de injeção na retenção da orientação molecular seja diminuído substancialmente.

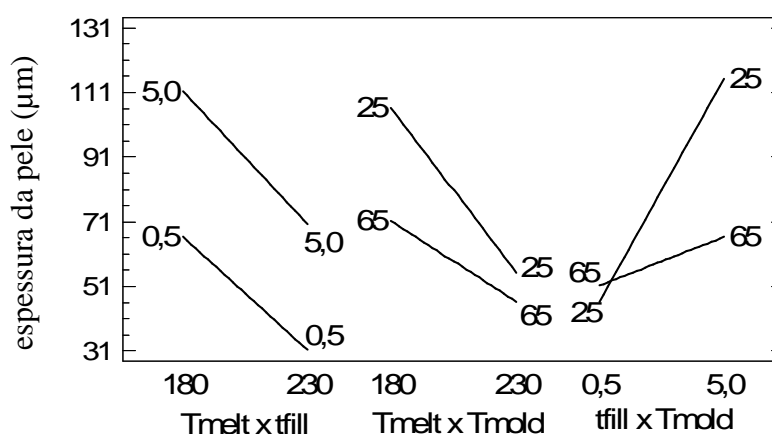


figura 7.26. Gráfico do efeito das interações entre fatores sobre a espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede espessa injetadas em epóxi.

A figura 7.26 também revela indícios de uma interação entre  $T_{melt}$  e  $T_{mold}$  e de uma interação simultânea destes fatores com  $t_{fill}$ . O efeito de  $T_{mold}$  é reduzido quando  $T_{melt}$  é alta. Mas, também é reduzido quando a  $T_{melt}$  é baixa se o nível de  $t_{fill}$  for alto. Em menor grau, o

mesmo ocorre na moldagem em aço, como mostra a figura 7.27. Isso pode ser visualizado quando se compara as moldagens sob condições LHLL e LHHH, onde  $T_{melt}$  é alta e  $t_{fill}$  é baixo. Enquanto na moldagem em aço, a pele da amostra SLHLL ( $T_{mold}$  baixa) tem 110  $\mu m$  contra 95  $\mu m$  de SLHHH ( $T_{mold}$  alta), em epóxi as duas condições produziram peles de 70  $\mu m$ . Ou seja, a moldagem em epóxi seguiu a mesma tendência do processamento em aço para essa complexa combinação, mas de forma mais intensa, em função da menor troca de calor entre molde e PP.

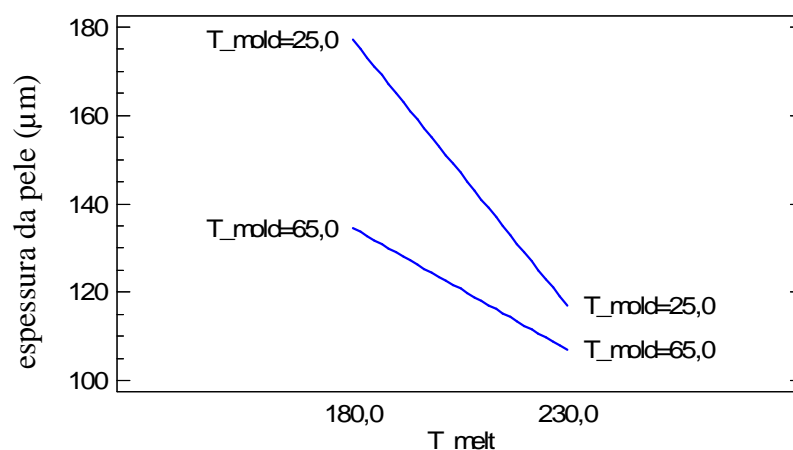


figura 7.27. Gráfico do efeito das interações entre  $T_{melt}$  e  $T_{mold}$  sobre a espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede espessa injetadas em aço.

Devido à pequena amostragem, a ANAVA (tabela 7.6) indica um *valor p* inferior a 0,05 (ou seja, 95 % de confiança para o significado estatístico do efeito) apenas para o fator  $t_{fill}$  do processamento em aço. No entanto, os efeitos são claramente significativos do ponto de vista da prática e os altos valores dos coeficientes  $R^2$  mostram o bom ajuste ao modelo. Além disso, se a ANAVA for refeita considerando um erro experimental de 10  $\mu m$  na leitura da espessura da pele, todos os fatores de primeira ordem tornam-se estatisticamente significativos.

Contrariamente aos resultados de VIANA *et al.* (2002), a figura 7.28 mostra que não há uma boa correlação entre a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) das peças injetadas e os índices termomecânicos  $Y_c$  e  $\tau_{Y_s}$ . Para as peças injetadas em epóxi, as correlações são um pouco melhores. Visto que a velocidade de escoamento na cavidade, avaliada por intermédio de  $t_{fill}$ , foi a variável com influência decisiva na espessura da pele das peças injetadas em aço, justifica-se a correlação de  $\theta_{s/T}$  com taxa de cisalhamento máxima ( $\gamma_{max}$ ) obtida por simulação em CAE, exibida na figura 7.30. A redução da pele com o aumento da taxa de cisalhamento (na moldagem em aço) reflete o domínio do campo térmico sobre o mecânico na distribuição estrutural do iPP de alta fluidez XM6150K, ao menos dentro da janela de processo investigada.

tabela 7.6. Tabela de ANAVA para espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede espessa injetadas em aço. Em negrito, os efeitos significativos em um nível de confiança de 95%.

moldagem em aço						moldagem em epóxi					
fonte	SQ	gl	MQ	F	P	fonte	SQ	gl	MQ	F	P
A:T_melt	3828,13	1	3828,13	5,69	0,1398	A:T_melt	2888,0	1	2888,0	2,90	0,3383
B:t_fill	29403,1	1	29403,1	43,72	<b>0,0221</b>	B:t_fill	3528,0	1	3528,0	3,54	0,3111
C:T_mold	1378,13	1	1378,13	2,05	0,2886	C:T_mold	968,0	1	968,0	0,97	0,5048
AB	153,125	1	153,125	0,23	0,6803	AB	18,0	1	18,0	0,02	0,9150
AC	528,125	1	528,125	0,79	0,4690	AC	338,0	1	338,0	0,34	0,6644
BC	153,125	1	153,125	0,23	0,6803	BC	1458,0	1	1458,0	1,46	0,4400
ABC	703,125	1	703,125	1,10	0,4855	ABC	128,0	1	128,0	0,13	0,7810
Erro	642,014	1	642,014			Erro	997,556	1	997,556		
Total	36788,9	8				Total	10323,6	8			
R <sup>2</sup>	0,98					R <sup>2</sup>	0,90				

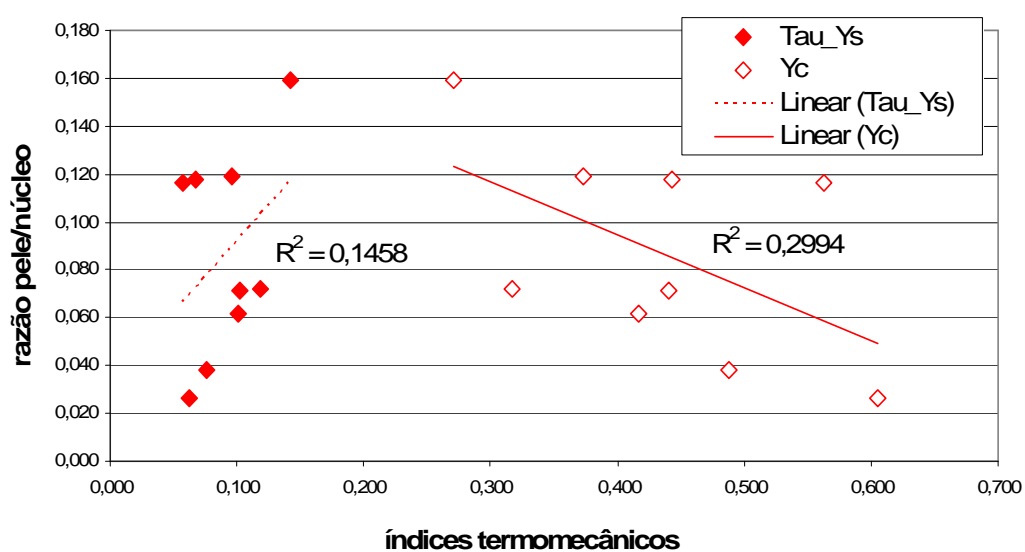


figura 7.28. Correlação entre a razão pele/núcleo  $\theta_{s/T}$  e os índices térmico ( $Yc$ ) e termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) das peças de parede espessa injetadas em molde de aço.

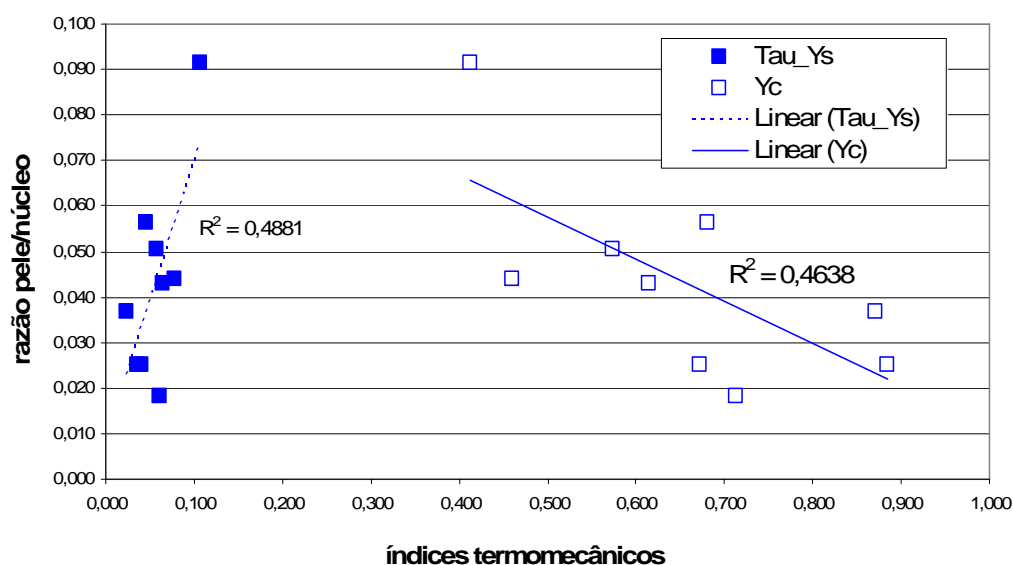


figura 7.29. Correlação entre a razão pele/núcleo  $\theta_{s/T}$  e os índices térmico ( $Yc$ ) e termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) das peças de parede espessa injetadas em molde VRE.

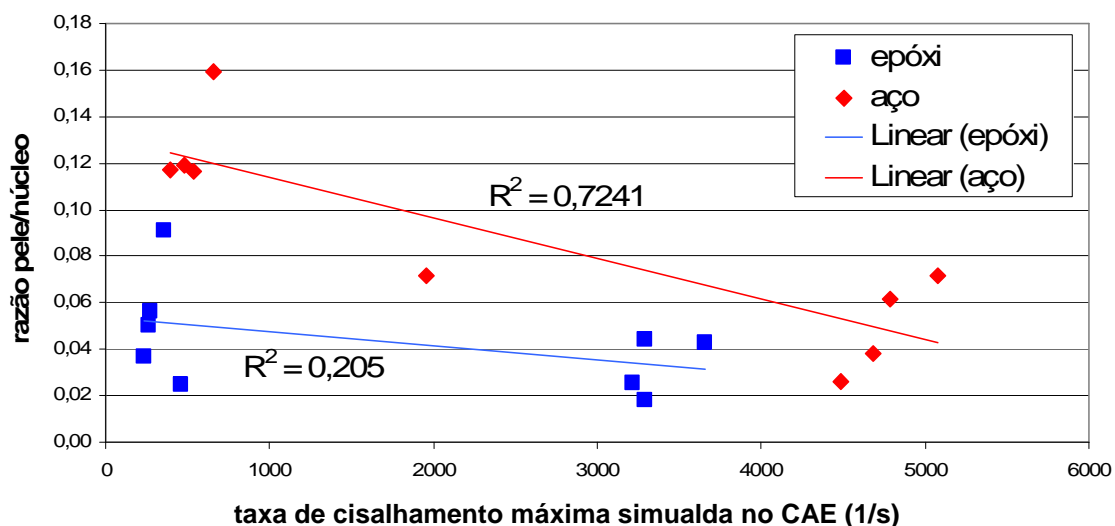


figura 7.30. Correlação entre a razão pele/núcleo  $\theta_{s/T}$  e a taxa de cisalhamento máxima obtida via simulação em CAE ( $\gamma_{\max}$ ) das peças de parede espessa.

A espessura da pele não é um resultado diretamente informado pela simulação do processo no Moldflow. O *software* fornece, para um determinado elemento da malha, apenas a espessura da camada solidificada (*frozen layer*) em dado tempo. Os gráficos da figura 7.31 plotam a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) observada no microscópio contra o percentual de espessura solidificada fornecido pelo Moldflow para o tempo equivalente ao final do preenchimento ( $\theta_{fi}$ ). Especialmente para os moldados em aço, há uma correlação linear bem ajustada entre  $\theta_{s/T}$  e  $\theta_{fi}$  pele real e pele simulada, embora o *software* indique camadas congeladas com o dobro da espessura da pele. Na moldagem em epóxi, a previsão é ainda mais superestimada.

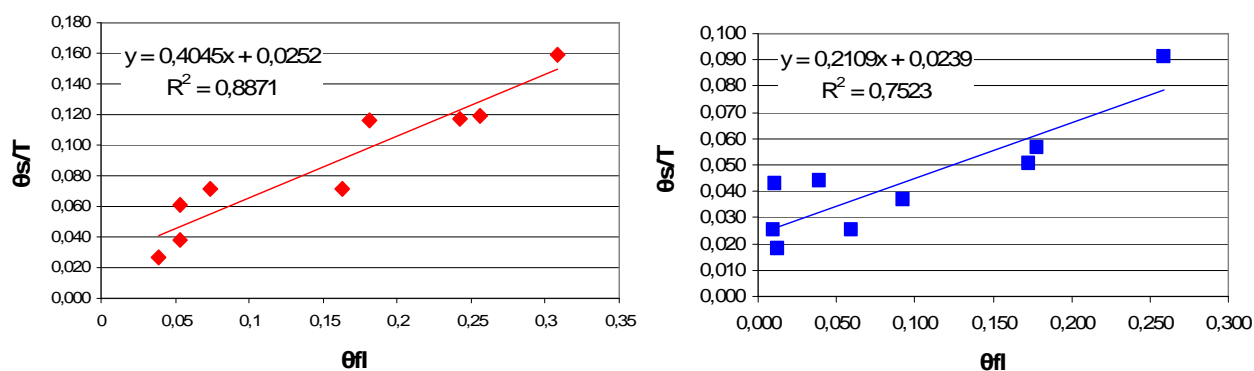


figura 7.31. Correlação entre a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e o percentual de espessura solidificada ao final do preenchimento obtido via simulação ( $\theta_{fi}$ ) para as peças de parede espessa injetadas em molde de aço (à esquerda) e molde VRE (à direita).

Não se observou relação entre espessura da pele e densidade. Além disso, o fator mais influente na espessura da pele,  $t_{fill}$ , pouco afetou a densidade. Em tese, peles mais espessas aumentam o isolamento térmico do material ainda fundido no núcleo e, assim, proporcionariam um maior grau de cristalinidade. Por outro lado, se o grau de cristalinidade da pele for menor do

que o do núcleo, haveria um efeito compensatório. Os níveis de orientação e compactação da fase amorfa também deveriam ser considerados nesse raciocínio.

### 7.3.3 Resultados dos ensaios de difração de raios-X (WAXD)

Para a determinação de parâmetros de caracterização estrutural via WAXD, um grupo menor de peças foi selecionado. O conjunto de 6 amostras por molde foi escolhida de modo a englobar os extremos de densidade, birrefringência e espessura da pele, além de ao menos uma amostra para cada padrão de distribuição estrutural revelado pela microscopia.

Após o ensaio de WAXD da zona superficial, as amostras foram polidas para remoção da pele e, depois, para expor a região do núcleo. Os resultados são mostrados na tabela 7.7, subdividida por amostra e profundidade da superfície ensaiada em relação à superfície original do moldado. A penetração dos raios-x foi experimentalmente estimada em torno de 500  $\mu\text{m}$ .

tabela 7.7. Parâmetros de caracterização estrutural obtidos por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas injetadas em moldes de aço e VRE: I-superfície, II-abaxo da pele, III – centro.  $\chi$ : índice de cristalinidade;  $\chi_\beta$ : percentual de fase  $\beta$ ;  $A_{110}$  e  $A_{130}$ : índices de orientação;  $\Omega$ : média de  $A_{110}$  e  $A_{130}$ ;  $C\alpha$ : índice de orientação bimodal;. Parâmetros operacionais do ensaio constam da tabela 6.12, grupo A1.

amostra / $\theta_s$	profundidade ( $\mu\text{m}$ )		$\chi$	$\chi_\beta$	$A_{110}$	$A_{130}$	$\Omega$	$C\alpha$
SLHLL(01) $\theta_s = 110$	zona III	1500	55%	0%	0,52	0,29	0,40	0,28
	zona II	140	53%	3%	0,51	0,38	0,45	0,67
	zona I	0	51%	2%	0,72	0,54	0,63	0,59
SHHHL(02) $\theta_s = 60$	zona III	1350	55%	1%	0,46	0,28	0,37	0,39
	zona II	90	52%	1%	0,42	0,32	0,37	0,73
	zona I	0	46%	1%	0,45	0,31	0,38	0,63
SLLHL(04) $\theta_s = 250$	zona III	1200	54%	1%	0,49	0,31	0,40	0,39
	zona II	290	58%	2%	0,41	0,35	0,38	0,78
	zona I	0	47%	1%	0,50	0,37	0,43	0,64
SHHLH(05) $\theta_s = 40$	zona III	1270	56%	0%	0,49	0,28	0,38	0,34
	zona II	160	51%	0%	0,47	0,39	0,43	0,67
	zona I	0	47%	1%	0,50	0,37	0,43	0,64
SLHHH(06) $\theta_s = 95$	zona III	1510	52%	0%	0,47	0,29	0,38	0,37
	zona II	150	53%	3%	0,40	0,33	0,36	0,78
	zona I	0	60%	5%	0,73	0,59	0,66	0,63
SLLLH(07) $\theta_s = 180$	zona III	1420	53%	0%	0,52	0,25	0,39	0,24
	zona II	200	62%	2%	0,50	0,39	0,45	0,69
	zona I	0	58%	1%	0,56	0,42	0,49	0,63

tabela 7.10 - continuação

amostra / $\theta_s$	profundidade ( $\mu\text{m}$ )		$\chi$	$\chi_\beta$	$A_{110}$	$A_{130}$	$\Omega$	$Ca$
ELHLL(17) $\theta_s = 70$	zona III	1628	57%	1%	0,53	0,28	0,40	0,32
	zona II	90	60%	7%	0,59	0,43	0,51	0,71
	zona I	0	65%	6%	0,70	0,58	0,64	0,65
EHHHL(18) $\theta_s = 30$	zona III	1540	50%	1%	0,47	0,25	0,36	0,33
	zona II	75	60%	3%	0,40	0,34	0,37	0,81
	zona I	0	67%	4%	0,44	0,39	0,42	0,81
ELLHL(20) $\theta_s = 150$	zona III	1230	54%	1%	0,49	0,27	0,38	0,37
	zona II	280	54%	2%	0,41	0,34	0,38	0,72
	zona I	0	58%	1%	0,57	0,42	0,5	0,68
EHHHL(21) $\theta_s = 40$	zona III	1095	54%	0%	0,46	0,32	0,39	0,47
	zona II	80	53%	1%	0,44	0,32	0,38	0,60
	zona I	0	62%	2%	0,42	0,34	0,38	0,79
ELHHH(22) $\theta_s = 70$	zona III	1320	51%	0%	0,47	0,27	0,37	0,34
	zona II	150	50%	3%	0,39	0,31	0,35	0,70
	zona I	0	64%	5%	0,71	0,59	0,65	0,71
ELLLH(23) $\theta_s = 80$	zona III	1564	57%	1%	0,50	0,25	0,37	0,25
	zona II	110	60%	1%	0,47	0,35	0,41	0,67
	zona I	0	59%	2%	0,49	0,41	0,45	0,66

### Orientação molecular na direção do fluxo

Para avaliar o nível de orientação molecular nas três zonas analisadas preferiu-se a média dos índices de orientação molecular  $A_{110}$  e  $A_{130}$  (VIANA *et al.*, 2002). Pelo gráfico da figura 7.32, nota-se que a intensidade de  $\Omega$  é destacadamente maior na zona I das amostras SLHLL(01), SLHHH(06), ELHLL(17) e ELHHH(22). Esse resultado reflete claramente o maior nível de orientação da pele dessas amostras, exatamente as mesmas cujas peles se mostraram mais birrefringentes, conforme visto na seção anterior. As quatro amostras mais orientadas têm em comum o processamento com  $T_{\text{melt}}$  baixa e  $V_{\text{fill}}$  alta. Embora com menor intensidade, nas amostras SLLH(07), ELLHL(20) e ELLLH(23) a orientação da zona I também se destaca em relação às duas zonas mais internas. Nas demais, os índices de orientação são menores e mais equilibrados entre as três zonas, o que pode ser explicado pela pequena espessura da pele e/ou baixo nível de orientação da mesma.

Conforme mostrado no Capítulo 2, a espessura da pele é controlada por um efeito combinado dos campos térmico e mecânico imposto durante o processamento. Segundo VIANA (2004), sua formação é termicamente controlada para altas temperaturas do material e governada pela tensão de cisalhamento para baixas temperaturas. Nesse caso, como o tempo em que o



material orientado permanece acima da temperatura de cristalização é pequeno, há um favorecimento da retenção da orientação molecular. Com essa justificativa, os trabalhos PHILLIPS *et al.* (1994) e FUJIYAMA *et al.* (1988) exemplificam a clássica relação de proporcionalidade direta entre nível de orientação e espessura da pele. Na mesma linha, BRITO *et al.*, (1991) mostraram que a tensão de cisalhamento é essencial para a orientação molecular, mas que a espessura final da pele é determinada pelo nível de relaxação molecular. Segundo esses autores, a fronteira da pele situa-se em algum ponto da espessura entre os locais do pico de tensão de cisalhamento e da isoterma de não-escoamento (*no flow temperature*), aproximando-se de uma ou outra linha conforme a combinação de parâmetros.

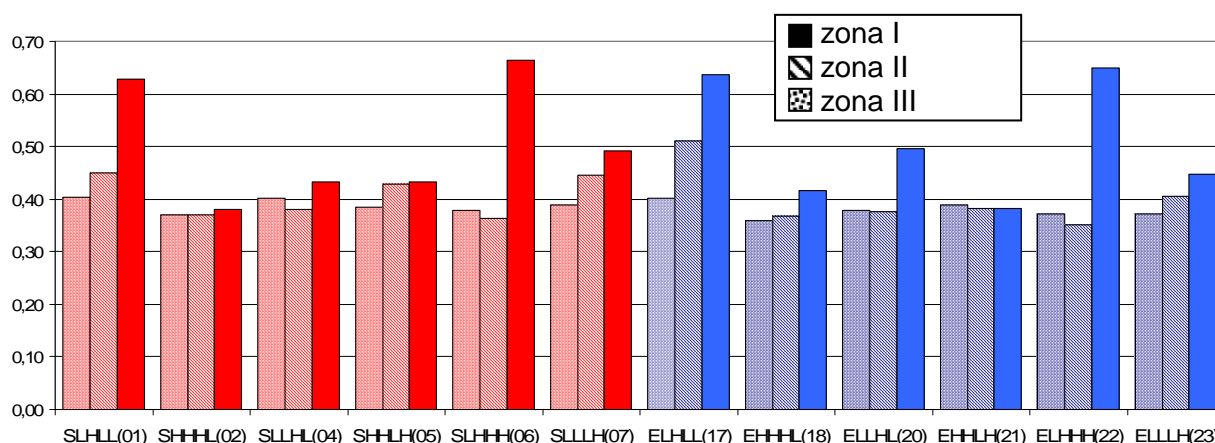


figura 7.32. Média dos índices de orientação  $A_{110}$  e  $A_{130}$  ( $\Omega$ ) obtidos por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro.

Contudo, os experimentos de VIANA *et al.* (2002) mostraram que certas combinações de variáveis produzem peles finas mas altamente orientadas e vice-versa. O mesmo se verifica quando se comparam os índices de orientação  $\Omega$  com as espessuras de pele medidas pela microscopia. Por exemplo, SLLHL(04) mostrou baixo índice de orientação da zona I, mesmo tendo a pele mais espessa dentre todas as amostras. Por isso, como mostra a figura 7.33, a tensão de cisalhamento máxima ( $\tau_w$ ) se correlaciona melhor com o índice de orientação do que o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ). O ajuste de  $\tau_{Ys}$  com a espessura da pele é melhor quando se considera o nível de orientação molecular da mesma. Essa relação pode ser notada na figura 7.34, que correlaciona o termomecânico  $\tau_{Ys}$  com o produto do índice de orientação pela razão pele/núcleo ( $\Omega \cdot \theta_{s/T}$ ).

A figura 7.33 ainda sugere que o material do molde tenha uma influência secundária no nível de orientação molecular da pele. A influência térmica na orientação molecular residual é menor do que a mecânica, e é mais importante no molde de epóxi do que no molde de aço.

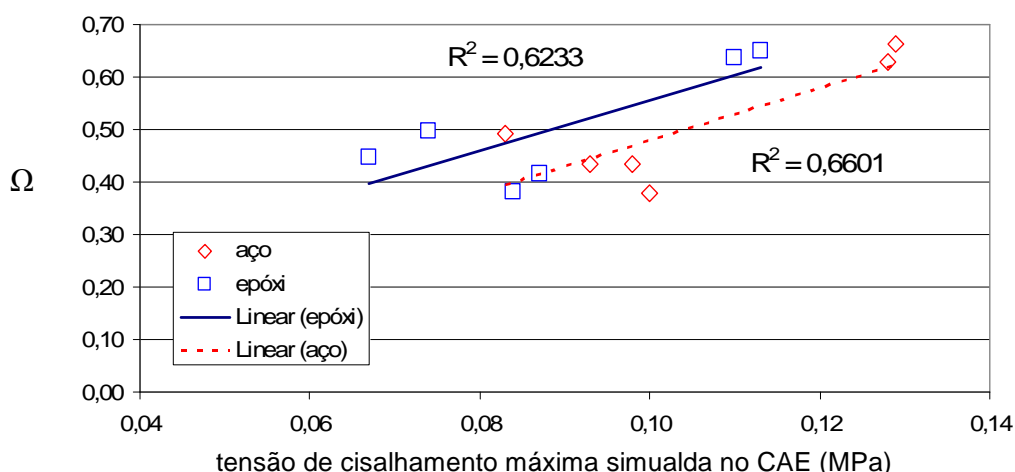


figura 7.33. Correlação entre o índice de orientação  $\Omega$  (zona I) e tensão máxima de cisalhamento simulada via CAE ( $\tau_w$ ) das peças de parede espessa. O coeficiente  $R^2$  representa o ajuste dos dados ao modelo da correlação das variáveis.

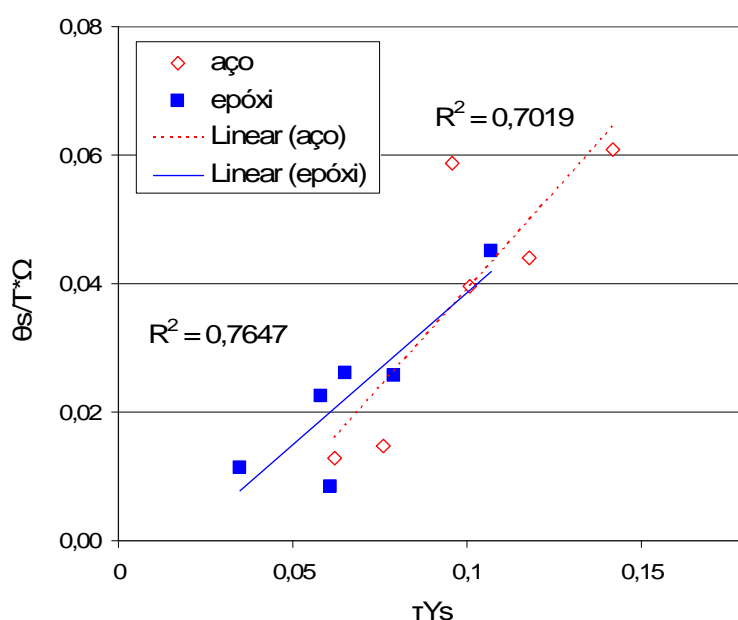


figura 7.34. Correlação entre o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) e o produto do índice de orientação ( $\Omega$ ) pela razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e das peças de parede espessa.

### Orientação cristalográfica bimodal na direção do fluxo

Segundo VIANA *et al.* (2002) o índice de orientação bimodal ( $C_\alpha$ ) da pele é menor nas peças mais orientadas porque a tensão de cisalhamento aumenta a proporção de cadeias em que o eixo cristalográfico  $c$  é orientado na direção do fluxo, em relação à orientação do eixo  $a^*$ . A figura 7.35 mostra que  $C_\alpha$  da zona I das peças injetadas em aço é mais baixo do que nas peças injetadas em epóxi. Não se observa, no entanto, relação direta de  $C_\alpha$  com  $\tau_w$ ,  $t_{fill}$  ou  $\tau_{Ys}$ , embora o índice termomecânico da pele  $\tau_{Ys}$  médio dos moldados em epóxi seja, de fato, mais baixo do que os dos moldados em aço.

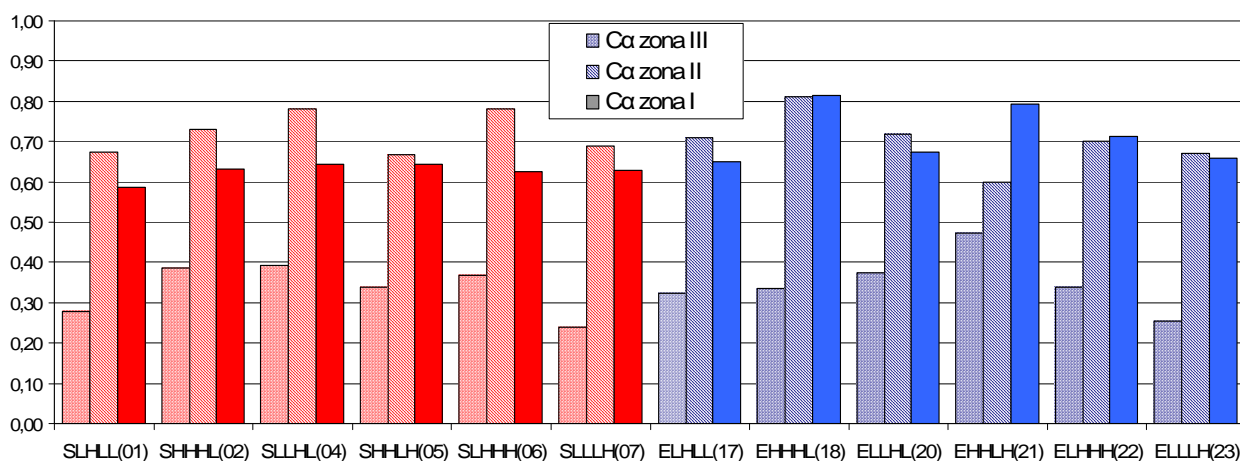


figura 7.35. Índice de orientação bimodal  $C_\alpha$  obtido por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro.

VIANA *et al.* (2002) também reportou o aumento de  $C_\alpha$  da pele com a temperatura de injeção. A figura 7.36 confirma esse resultado apenas para a moldagem em epóxi, o que é ratificado pelo confronto de  $C_\alpha$  com o índice térmico  $Y_c$  (ver figura 7.37). Aparentemente, apenas nas condições experimentais com  $Y_c > 0,5$ , o campo térmico é suficientemente alto para aumentar a proporção de cadeias com orientação  $a^*$ , seja pelo incremento da cristalização secundária, como pela relaxação das cadeias com orientação  $c$ .

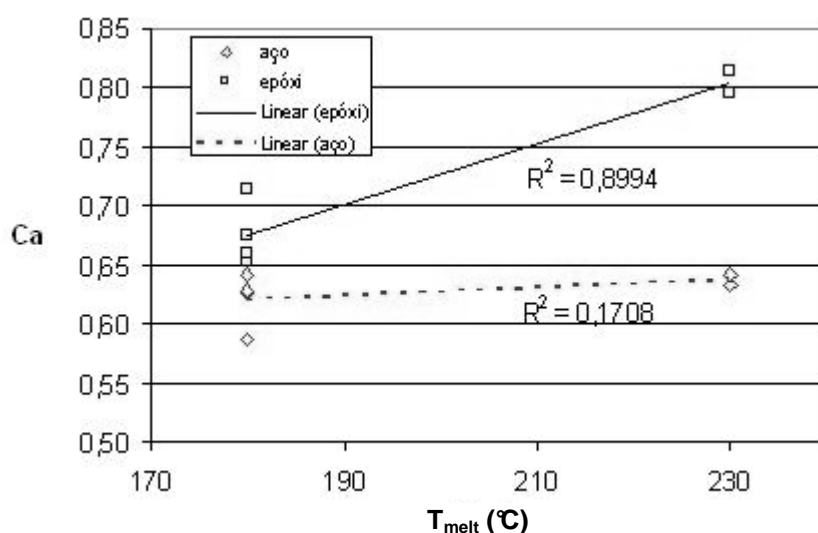


figura 7.36. Relações do índice de orientação bimodal  $C_\alpha$  da zona I com a temperatura de injeção ( $T_{melt}$ ) nas peças espessas injetadas em aço e epóxi.

A figura 7.35 ainda mostra índices  $C_\alpha$  ligeiramente mais altos na zona II do que na zona I para as peças injetadas em aço, e praticamente equivalentes nas duas zonas nos moldados em epóxi. ZIPPER *et al.* (1996) verificou máximos de  $C_\alpha$  ligeiramente deslocados para o interior, em relação aos máximos de  $A_{110}$ .

Os valores baixos de  $C_\alpha$  no núcleo não significam que o núcleo seja mais orientado. Como o conteúdo de moléculas com orientação é praticamente nulo no núcleo (WENIG E

STOLZENBERGER, 1996; MENDOZA *et al.* 2003), o índice supervaloriza a pequena quantidade de lamelas com eixo  $c$  orientado em direção ao fluxo.

Para a amostra EHHLH(21) nota-se a maior intensidade de  $C_\alpha$  da zona II e a menor diferença para a zona III. Esse resultado pode estar refletindo a presença de orientação bimodal em maior nível do que no núcleo isotrópico, uma vez que, especificamente para essa amostra, a zona III não abrange a linha média da espessura. Essa hipótese vai ao encontro dos diferentes níveis de birrefringência que distinguem as zonas 2a, 2b e 3, mostradas na figura 7.16.

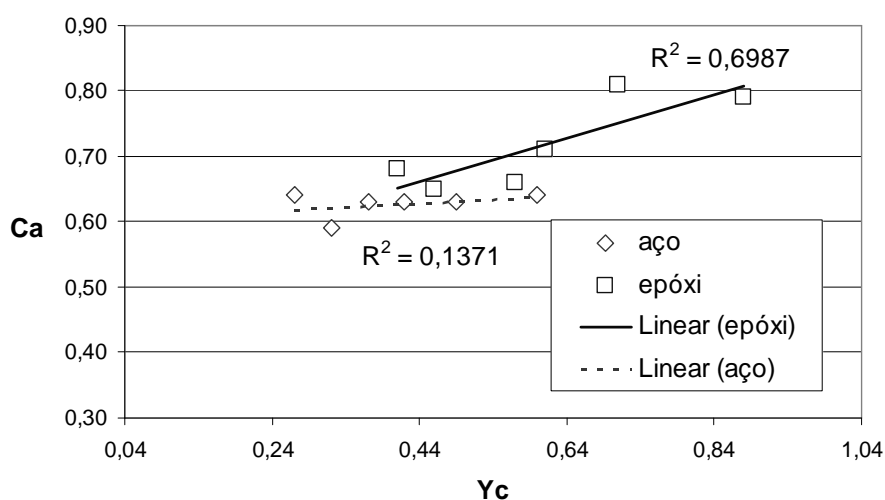


figura 7.37. Relações do índice de orientação bimodal  $C_\alpha$  da zona I com o índice térmico ( $Y_c$ ) nas peças espessas injetadas em aço e epóxi.

### Índice de cristalinidade

A tabela 7.8 sintetiza os resultados referentes ao índice de cristalinidade  $\chi$ , comparando os valores médios de  $\chi$  entre as peças injetadas em aço e epóxi. Nota-se que a médias de  $\chi$  são praticamente iguais nas zonas mais internas (II e III) e apenas na zona I existe uma diferença significativa no índice de cristalinidade.

tabela 7.8. Médias dos índices de cristalinidade ( $\chi$ ) das peças de paredes espessas injetadas em aço e epóxi.

	$\chi$ médio		
	zona III	zona II	zona I
peças injetadas em aço	54%	55%	52%
peças injetadas em epóxi	55%	56%	62%

Conforme mostrado pela figura 7.38,  $\chi$  é maior na zona I do que na zona II para todas as amostras injetadas em epóxi, a exceção de ELLH(23). Dentre as injetadas em aço, apenas SLHHH(06) teve o mesmo comportamento. A literatura ora reporta que a pele é mais cristalina

que o núcleo (KALAY E BEVIS, 1997) ora afirma que a zona mais cristalina é a do núcleo (FUJIYAMA *et al.*, 1988; SANSCHAGRIN *et al.*, 1991 *apud* VIANA *et al.*, 2001). Por outro lado, TROTIGNON E VERDU(1987) e SAIU *et al.* (1991) mostram que a pele pode abrigar tanto o mínimo quanto o máximo de cristalinidade através da espessura: cristalinidade mínima na camada Ia e máxima na Id.

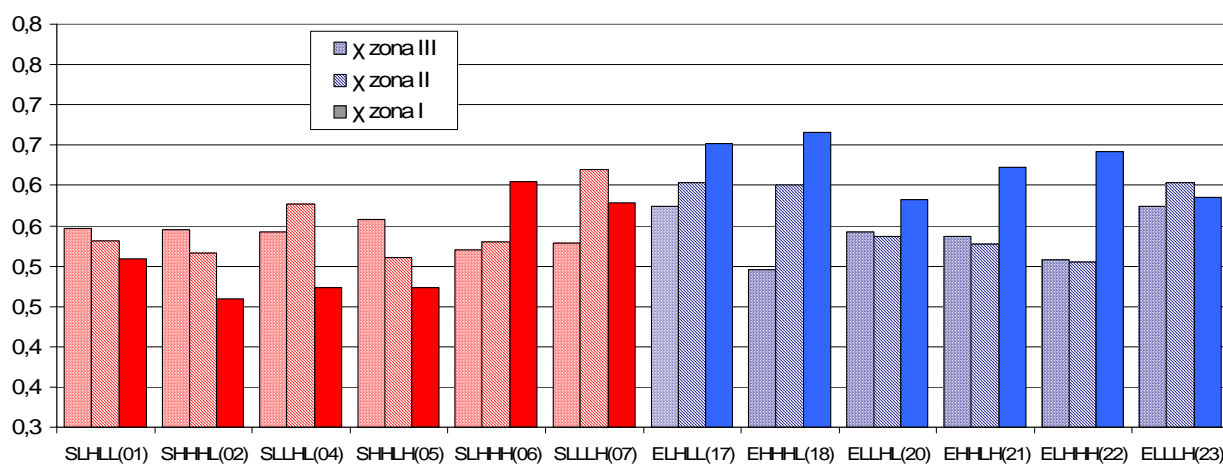


figura 7.38. Índice de cristalinidade  $\chi$  obtido por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro.

Essa breve revisão da literatura mostra que os valores relativos do índice de cristalinidade do núcleo e da pele dependem fundamentalmente das combinações experimentais utilizadas. Os resultados mostrados na figura 7.38 refletem a complexidade das relações do desenvolvimento da cristalização com o ambiente termomecânico, mas sugerem que o material do molde tenha um efeito importante no valor de  $\chi$  para a zona I das amostras.

VIANA *et al.* (2002) observaram que o índice de cristalinidade do núcleo é fortemente dependente do índice térmico  $Y_c$ , pois é proporcional à diferença entre  $T_b$  e  $T_i$ . VIANA *et al.* (2002) ainda reporta que a cristalinidade da pele foi pouco influenciada pela temperatura do molde, mas aumentou com a temperatura do material e com velocidade de injeção. TRIBOUT *et al.*, (1996) *apud* VIANA *et al.* (2002) explicam o efeito da velocidade pela ação da tensão de cisalhamento sobre a densidade de nucleação e pelo alinhamento molecular.

Embora nenhuma dessas tendências tenha sido observada, a figura 7.39 revela que o índice de cristalinidade da zona I das peças injetadas em aço aumenta com a redução de  $T_b-T_i$ . Em outras palavras, a cristalinidade da zona I foi maior nas condições experimentais em que o iPP experimentou um choque térmico menos intenso durante o preenchimento. No processamento em epóxi, não se identifica uma tendência clara. Porém, exceto pela condição EHHHL(18), o gráfico sugere que exista um valor crítico de  $T_b-T_i$ , acima do qual a cristalinidade diminui cerca de 10 pontos percentuais.

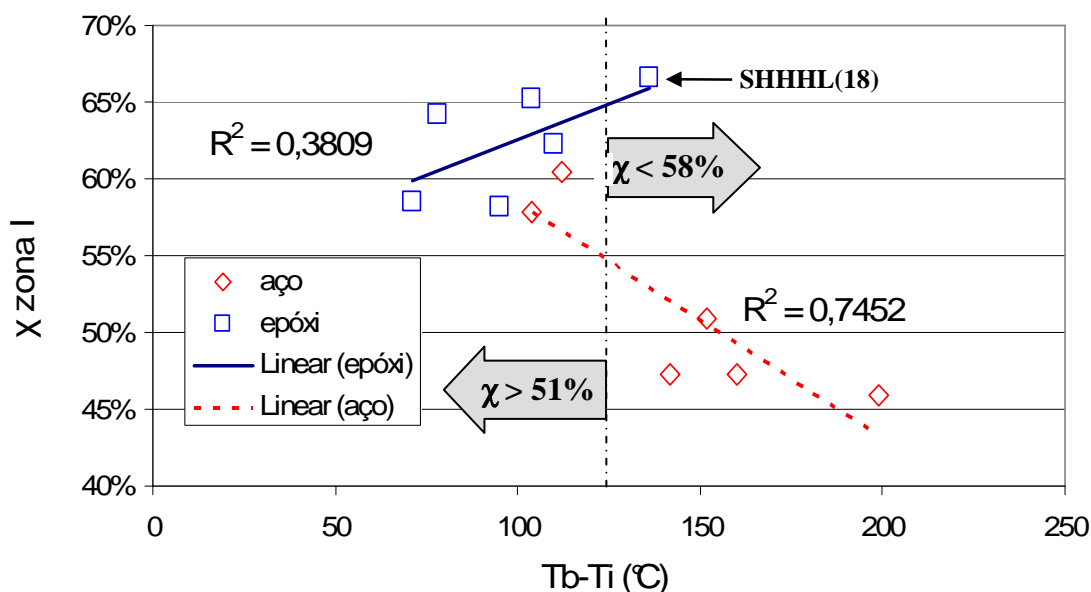


figura 7.39. Relações do índice de cristalinidade  $\chi$  da zona I com a diferença entre a temperatura do material (*bulk temperature*,  $T_b$ ) e a temperatura de contato polímero-molde ( $T_i$ ) nas peças espessas injetadas em aço e epóxi.

O resultado observado na figura 7.39 assemelham-se aos de YAÑEZ (2005). Esse autor encontrou diferenças de até 15 pontos percentuais no índice de cristalinidade entre peças de iPP injetadas em moldes de aço sob temperaturas de 15, 32 e 75 °C (temperatura do fluido de resfriamento), enquanto no molde VRE a temperatura do molde praticamente não alterou a cristalinidade. Na condição mais quente, o índice de cristalinidade da peça injetada em aço foi apenas 5 pontos percentuais mais baixo do que em epóxi.

O fato do índice de cristalinidade das peças injetadas em epóxi ter sido maior na zona I do que na zona III poderia ser relacionado à maior cristalização secundária sugerida pelos altos valores dos índices  $C_\alpha$  da zona I. Nos moldados em aço, para os quais o índice de cristalinidade tende a ser mais baixo na zona I, o índice  $C_\alpha$  é mais alto na zona II. Ou seja, a intensidade da cristalização secundária teria sido maior em uma zona mais distante da superfície, no início da zona de transição. Além disso, sabe-se que a taxa de nucleação é menor sob taxas de resfriamento baixas (WRIGHT *et al.*, 1988; VIANA *et al.* 2002). Teoricamente, isso concorreria para o aumento da cristalinidade da pele e também confirmaria a textura mais grosseira observada nas subcamadas 1a e 1b das peças injetadas em epóxi.

Por outro lado, também é possível que a estimativa de  $\chi$  da zona I a partir dos difratogramas tenha sido prejudicada pela orientação molécula da pele, que altera a altura dos picos de reflexão dos planos cristalinos.

## Índice de fase $\beta$

O índice de fase beta  $\chi_\beta$  calculado com base nos difratogramas foi proporcional às observações no microscópio. Como mostrado pela figura 7.40, as únicas amostras que apresentaram  $\chi_\beta$  superior a 2,5% na zona I ou II foram ELHLL(17), ELHHH (22), SLHHH (06), EHHHL(18) e SLHLL (01). À exceção de EHHHL(18), essas amostras foram processadas simultaneamente sob baixa  $T_{melt}$  e alta  $V_{fill}$  e foram as únicas quatro cuja tensão máxima de cisalhamento  $\tau_w$  simulada ultrapassou 0,1 MPa no elemento correspondente à região ensaiada por WAXD. O percentual de fase  $\beta$  no núcleo é desprezível em todas as amostras.

Esses resultados estão de acordo com a literatura. A ocorrência de  $\beta$ -esferulitos é aumentada por altas taxas de cisalhamento (VIANA *et al.*, 2002) e, especialmente, por baixas temperaturas de injeção (KARGER-KOCSIS, 1999; VIANA *et al.*, 2002). A figura 7.41 mostra uma boa correlação de  $\chi_\beta$  (zona I) e tensão de cisalhamento simulada. Com a taxa de cisalhamento, não houve um bom ajuste dos resultados.

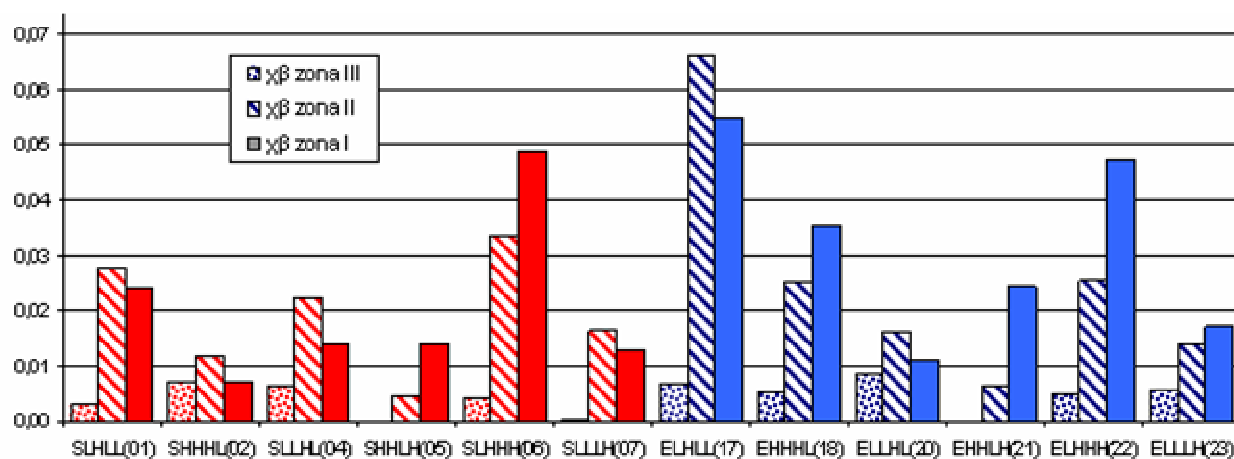


figura 7.40. Índice de fase  $\beta$ -cristalina  $\chi_\beta$  obtido por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes espessas: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro.

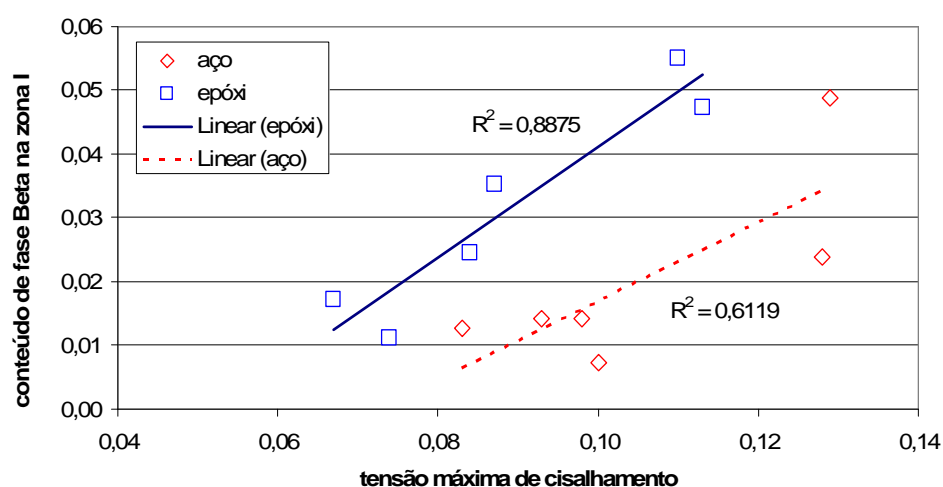


figura 7.41. Correlação do conteúdo de fase  $\beta$  ( $\chi_\beta$ ) e tensão máxima de cisalhamento ( $\tau_w$ ) simulada para a injeção das amostras em aço e epóxi.

LI E CHEUNG (1997), KARGER-KOCSIS (1999) e KADOTA *et al.* (1998) verificaram que a redução da taxa de resfriamento aumenta a proporção de  $\beta$ -esferulitos. Embora tal relação não seja evidente na figura 7.40, comparando-se os pares de peças processadas sob mesma combinação de parâmetros, há uma tendência geral de aumento do  $\chi_\beta$  nas peças injetadas no molde VRE, onde as baixas propriedades térmicas agem de modo semelhante ao aumento da temperatura do molde. Por outro lado, FARAH E BRETAS (2004) não verificaram relação da cristalinidade  $\beta$  com a temperatura do molde (matriz de extrusão), mas apenas com o aumento da vazão de escoamento.

Na amostra EHHLH (21), nota-se que  $\chi_\beta$  da zona II é bem inferior ao da zona I, o que é coerente com a micrografia da figura 7.21, que mostra uma estreita faixa de  $\beta$ -esferulitos alongados praticamente junto à pele. Em ELHHH (22),  $\chi_\beta$  da zona II é bem inferior ao da zona I porque o primeiro polimento removeu bem mais do que os 70  $\mu\text{m}$  de pele.

## **7.4 Análise das propriedades mecânicas**

### **7.4.1 Resultados dos ensaios de tração**

A partir dos resultados de MOLP e WAXD, um grupo específico de peças foi selecionado para o ensaio de tração. Os critérios de seleção foram os valores extremos de espessura da pele, densidade e orientação molecular, uma vez que dessas características estruturais se esperam as maiores diferenças de propriedades mecânicas.

Os resultados apresentados na tabela 7.9 são referentes às amostras ensaiadas com velocidade de 5 mm/min e com o extensômetro (alongamento máximo de 50%), para maior precisão na apuração do módulo de elasticidade (E). Os resultados quanto a densidade, razão pele/núcleo e índices termomecânicos são mostrados para auxiliar a interpretação.

Em termos gerais, os resultados de E e  $\sigma$  superam os valores indicados pelo fornecedor do iPP XM6150K (tabela 6.1), respectivamente, 1450 MPa e 34 MPa. No entanto, a diferença não pode ser considerada significativa, pois o ângulo de saída na lateral das peças faz com que a seção transversal do corpo de prova seja trapezoidal. Como a largura foi tomada na base mais estreita, subestimou-se a área da seção transversal usada para o cálculo da tensão. Além disso, deve-se considerar as diferenças na velocidade de estiramento e no processo de moldagem dos corpos de prova (compressão) usados pelo fornecedor.



tabela 7.9. Resultados dos ensaios de tração das peças injetadas em moldes de aço e VRE. Ensaios realizados com extensômetro (alongamento máximo de 50%) , para avaliação do módulo de elasticidade (E), tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ), e alongamento no escoamento ( $\varepsilon_y$ ). A razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ), a densidade média da seção transversal ( $\rho_{yz}$ ) e os índices termomecânicos  $Y_c$  e  $\tau_{Ys}$  são informados para auxiliar a interpretação.

condição experimental (código da peça)	$\sigma_y$ (MPa)	E (MPa)	$\varepsilon_y$	$\varepsilon_b$	$\theta_{s/T}$	$\rho_{yz}$ (g/cm <sup>3</sup> )	$Y_c$	$\tau_{Ys}$
SHHHL(02)	34,5	1854,1	8,6%	>50%	0,04	0,90190	0,49	0,076
SLLHL(04)	35,0	1744,9	8,6%	>50%	0,16	0,90313	0,27	0,142
SHHLH(05)	35,9	1859,3	8,2%	38,3%	0,03	0,90387	0,60	0,062
SLLLH(07)	36,0	1944,9	7,9%	>50%	0,12	0,90369	0,37	0,096
EHHHL(18)	36,4	1888,6	7,5%	>50%	0,02	0,90382	0,71	0,061
ELLHL(20)	35,9	1859,8	7,3%	>50%	0,09	0,90378	0,41	0,107
EHHLH(21)	36,4	2021,3	6,3%	11,3%	0,03	0,90506	0,88	0,035
ELLLH(23)	36,5	1897,7	6,4%	11,0%	0,05	0,90435	0,57	0,058

### Módulo de elasticidade, tensão e alongamento no escoamento

A figura 7.42 compara os resultados de módulo de elasticidade (E), tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ) e alongamento no escoamento ( $\varepsilon_y$ ) entre peças injetadas sob mesma condição experimental em aço e epóxi.

Os resultados mostram pequenas variações de módulo e tensão máxima no escoamento entre peças injetadas em aço e epóxi, em concordância com trabalhos anteriores do Laboratório CIMJECT sobre moldes RRT, que verificaram diferenças inferiores a 10% (SALMORIA *et al.*, 2004; FOGGIATTO, 2005; YÁÑEZ, 2005), mesmo com distinções mais marcadas no índice de cristalinidade, conforme já comentado.

O módulo das peças injetadas em epóxi é ligeiramente maior nas condições LLHL e HHLH, que representam os extremos de espessura da pele. Para as outras duas condições, as barras de erro no gráfico fazem supor que as diferenças do módulo entre moldados em aço e epóxi não sejam significativas. Como o módulo é maior nas peças de pele mais fina e com maior densidade, é presumível que o efeito da microestrutura do núcleo supere o efeito da orientação molecular no aumento da rigidez.

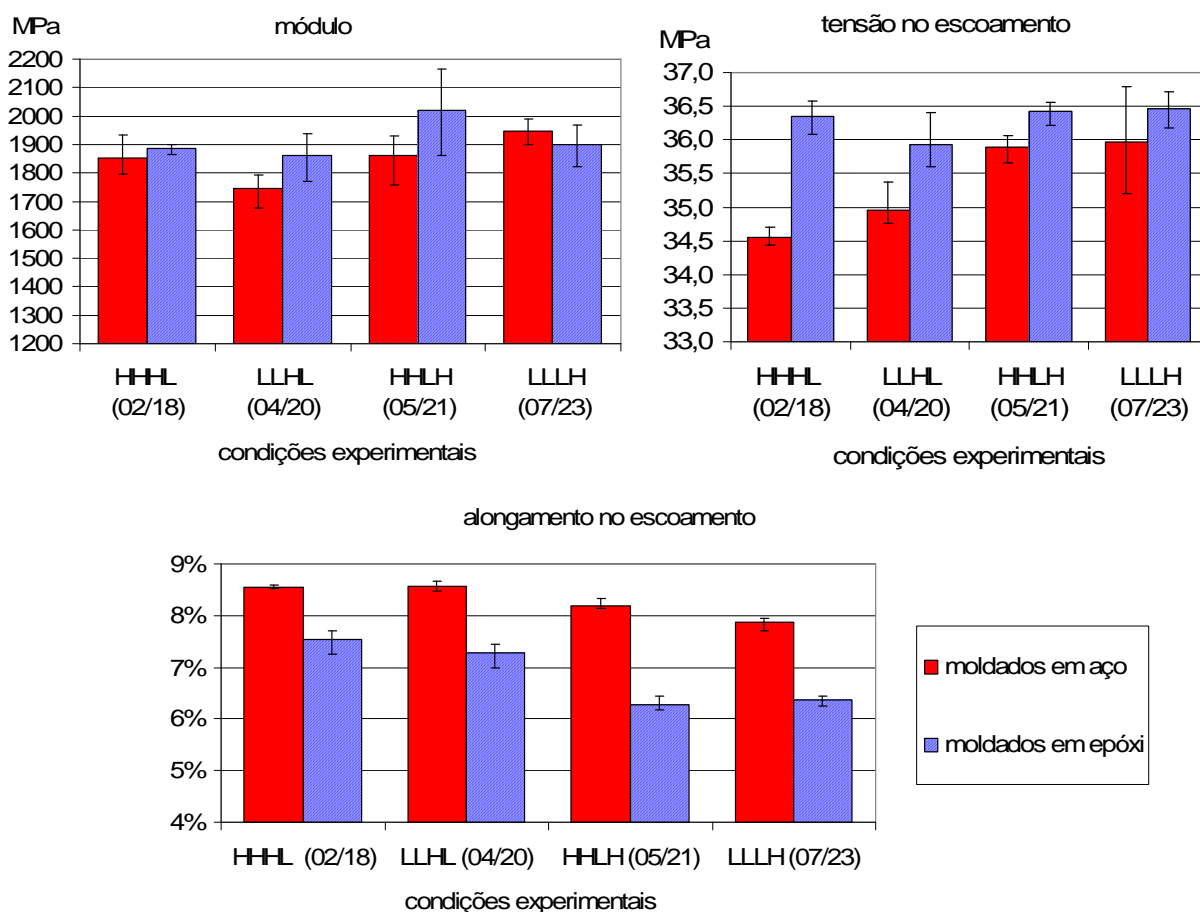


figura 7.42. Comparação do módulo de elasticidade, tensão máxima no escoamento e alongamento no escoamento entre peças de paredes espessas injetadas em moldes de aço e VRE. As barras de erro representam a dispersão total dos dados.

Não se observou relações diretas do módulo com os parâmetros de injeção, mas a figura 7.43 exibe uma tendência de aumento do módulo com o aumento da temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ), em concordância com as observações de CERMAK *et al.* (2005 II) quanto a relação entre módulo e temperatura do molde. Conseqüentemente,  $E$  aumenta com o índice térmico  $Y_c$ , o qual, conforme discutido no Capítulo 2, relaciona-se com a estrutura do núcleo. Além disso, há uma relação inversamente proporcional entre o módulo e o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ). Contudo, deve-se ressaltar que as amostras com maior índice de orientação molecular e maior birrefringência na pele não constaram da análise e que o campo térmico exerce grande influência no valor de  $\tau_{Ys}$ .

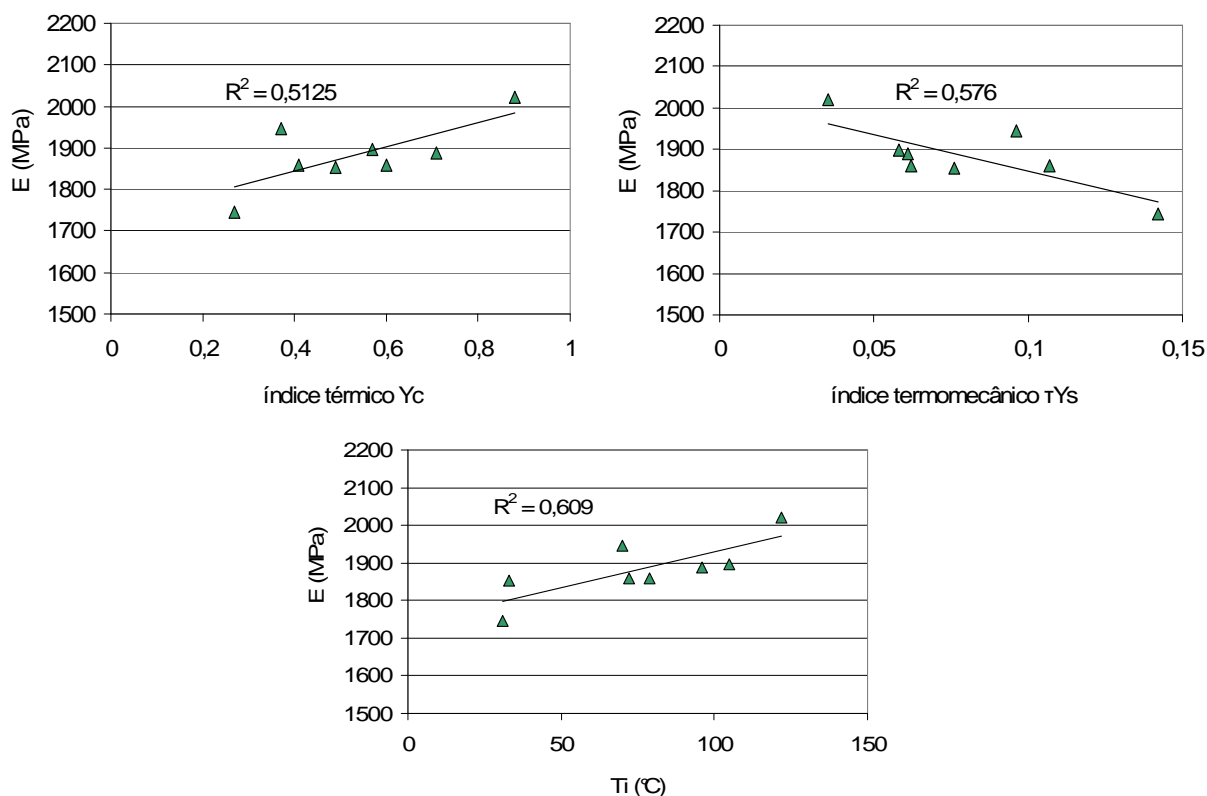


figura 7.43. Correlações do módulo de elasticidade ( $E$ ) com o índice térmico ( $Y_c$ ), com o índice termomecânico da pele ( $\tau Y_s$ ) e com a temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ) para as peças de paredes espessas injetadas em aço e epóxi e ensaiadas com extensômetro.

Retomando-se a figura 7.42, não se observam grandes variações da tensão de escoamento para as diferentes condições de processamento em molde VRE. Para os moldados de aço, a variação não se relaciona diretamente aos parâmetros de moldagem isolados. O alongamento no escoamento é mais baixo nos moldados VRE, especialmente nas duas condições com  $T_{\text{mold}}$  alta.

KARGER-KOCSIS (1999) cita as relações clássicas entre estrutura e propriedades mecânicas para polipropilenos: com o aumento do tamanho dos esferulitos, o módulo de elasticidade aumenta, mas em detrimento da tensão máxima, alongamento e resistência ao impacto. Fraturas frágeis são favorecidas por esferulitos grandes, pelo aumento na quantidade de material metaestável depositado no contorno dos esferulitos. Geralmente, o grau de cristalinidade produz aumentos lineares do módulo e da dureza, diminuindo a resistência ao impacto. WRIGHT *et al.* (1988) verificaram que a temperatura do molde aumenta a tensão de escoamento e o módulo, mas diminui o alongamento na ruptura. A explicação é o concomitante aumento de cristalinidade e tamanho médio dos esferulitos.

Por outro lado, VIANA *et al.* (2004) defende que o escoamento é pouco influenciado pelo tamanho dos esferulitos, sendo governado pela morfologia cristalina. O nível de orientação da pele, a razão pele/núcleo e a espessura de lamela no núcleo são três dos quatro parâmetros-chave na relação da estrutura com a tensão de escoamento. O quarto seria o número de pontos de

amarra entre as lamelas cristalinas e o material amorfo (LPP – *lamellar pulling points*), o que depende fortemente da temperatura e da velocidade de estiramento do ensaio mecânico, como consequência do comportamento mecânico da fase amorfa (VIANA, 2005). SCHRAUWEN *et al.* (2004) também associam o aumento da tensão de escoamento à maior orientação molecular e à espessura de lamela cristalina. SEGUELA *et al.* (2002) diz que a tensão de escoamento depende mais da espessura de lamela do que do grau de cristalinidade. Os resultados de STERN (2005) mostram incremento da tensão máxima e da tensão a 8% de alongamento com o aumento da massa molar, propriedade responsável por maiores níveis de orientação molecular e de estiramento da fase amorfa interlamelar.

Portanto, com base na discussão acima, o efeito da taxa de resfriamento sobre a morfologia do núcleo é a explicação mais provável para o aumento de  $\sigma_y$  e a redução de  $\epsilon_y$  com o aumento da densidade, revelada pela figura 7.44. Nesse sentido, a figura 7.45 mostra que há um bom ajuste dos valores de  $\sigma_y$  com a temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ) que, conforme definido no Capítulo 2, considera a diferença entre as propriedades térmicas do aço e do epóxi. Assim como para o módulo, o ajuste com o índice termico  $Y_c$  é razoavelmente bom, especialmente quando é desconsiderado o ponto que representa a amostra SHHHL(02). Como discutido na seção 7.3.1, o índice  $Y_c$  dessa amostra pode ter sido superestimado, pois sua determinação desconsiderou o efeito de  $P_{hold}$  na temperatura de cristalização.

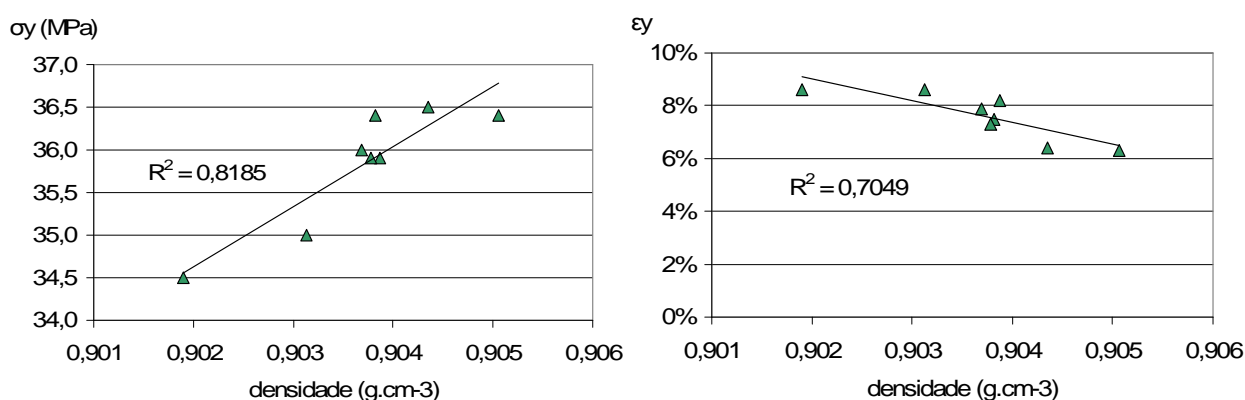


figura 7.44. Correlações da densidade com tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ) e alongamento no escoamento ( $\epsilon_y$ ) das amostras ensaiadas com extensômetro (tabela 7.9). O coeficiente  $R^2$  representa o ajuste dos dados ao modelo de regressão.

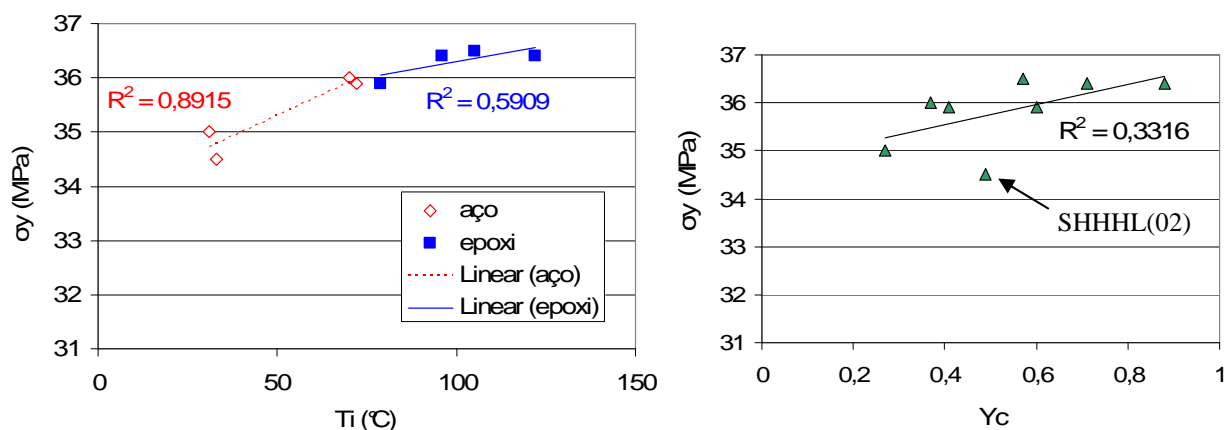


figura 7.45. Correlação da tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ) com a temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) para as amostras ensaiadas com extensômetro (tabela 7.9). O coeficiente  $R^2$  representa o ajuste dos dados ao modelo de regressão.

Pela figura 7.46, embora SHHHL(02) se afaste do ajuste novamente, vê-se que a espessura da pele pode ter uma pequena influência na tensão máxima, ao menos quando a razão pele/núcleo ultrapassa 0,05, mas que não se relaciona com o alongamento no escoamento. No caso dos moldados em epóxi, a maior cristalinidade da pele (verificada via WAXD) poderia estar contrabalançando a menor espessura em relação às peças injetadas em aço.

De todo modo, como a razão pele/núcleo é muito pequena, os resultados dão a entender que a morfologia do núcleo foi o fator determinante do comportamento mecânico. Como a metodologia não previu a determinação da espessura de lamelas, hipotetiza-se que a influência desse parâmetro esteja implícita no aumento do grau de cristalinidade, ainda que nem sempre os dois sejam proporcionais. Semelhantemente ao concluído por STERN (2005), nos moldados em epóxi, a redução do conteúdo amorfo interlamelar se manifesta mais visivelmente pela menor capacidade de deformação elástica antes da ruptura das lamelas cristalinas, que se deu sob tensões parecidas nas quatro amostras. Pode-se concluir que as propriedades de tração dos moldados em aço são mais afetadas pela variação de  $T_{melt}$  e  $T_{mold}$  do que os moldados em epóxi.

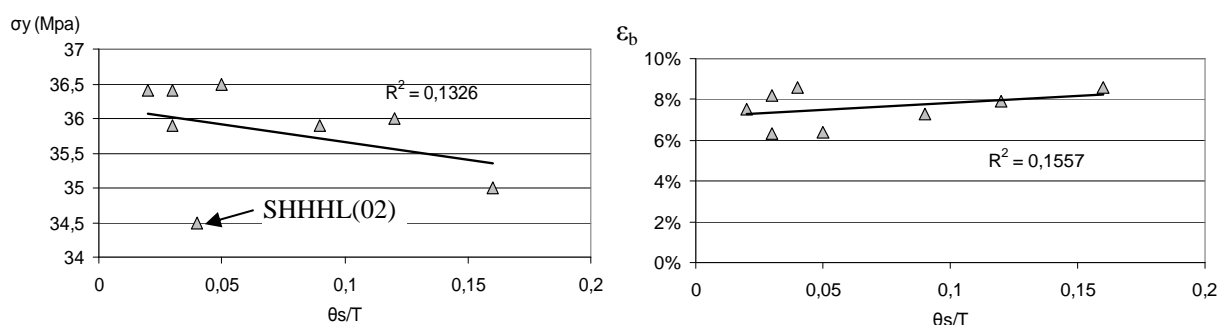


figura 7.46. Correlações da razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) com tensão máxima no escoamento ( $\sigma_y$ ) e alongamento no escoamento ( $\epsilon_y$ ) das amostras ensaiadas com extensômetro (tabela 7.9). O coeficiente  $R^2$  representa o ajuste dos dados ao modelo de regressão. O ponto correspondente a amostra SHHHL(02) é assinalado para auxiliar a interpretação.

### Alongamento na ruptura

As maiores diferenças observadas nas propriedades de tração entre peças injetadas em moldes de aço e VRE ficaram a cargo do alongamento na ruptura ( $\epsilon_b$ ). Três das quatro amostras injetadas com  $T_{mold}$  alta romperam antes dos 50% de alongamento permitidos pelo extensômetro. A peça injetada em aço SHHLH(05) teve  $\epsilon_b$  próximo dos 40 %, enquanto as injetadas em VRE - EHHLH(21) ELLH(23) – foram ainda menos dúcteis. Independentemente do molde, todos os corpos de prova injetados com  $T_{mold}$  baixa não romperam a 50%. A partir desses resultados, decidiu-se investigar o alongamento das amostras que apresentaram maior nível de orientação na pele.

A tabela 7.10 mostra os resultados dos ensaios das amostras ensaiadas com velocidade de 10 mm/min e sem o extensômetro, para avaliação do alongamento na ruptura ( $\epsilon_b$ ). Inesperadamente, os valores obtidos para módulo foram muito mais baixos do que nos ensaios com extensômetro, mesmo com a correção manual do trecho inicial das curvas *tensão x deformação*, distorcido pelo provável escorregamento das garras no início de cada ensaio. Presume-se que o equipamento não estivesse corretamente calibrado para a medição do deslocamento da garra móvel. Devido ao pequeno número de corpos de prova disponíveis, não foi possível repetir o ensaio, com extensômetro, para esse grupo de peças.

A primeira observação importante é quanto ao grande alongamento dos corpos de provas injetados sob condição LHLL ( $T_{melt}$  e  $T_{mold}$  baixas), mesmo para o moldado em VRE (amostra 17). Por outro lado, apesar do grande alongamento de SLLH(06), seu par moldado em epóxi – ELLH(22) apresentou a baixa ductilidade verificada nas demais peças injetadas com  $T_{mold}$  alta.

tabela 7.10. Resultados dos ensaios de tração das peças injetadas em moldes de aço e VRE. Ensaios realizados sem extensômetro, para avaliação do alongamento na ruptura  $\epsilon_b$ . Os índices termomecânicos  $Y_c$  e  $\tau_{Ys}$ , o índice de orientação  $\Omega$  da zona I, e os índices de cristalinidade  $\chi$  das zonas I e III são informados para auxiliar a interpretação.\*Devido a erro experimental, os valores de  $E$ ,  $\epsilon_y$  e  $\epsilon_b$  não podem ser comparados aos da tabela 7.9.

condição experimental (código da peça)	$\theta_{s/T}$	$\rho_{yz}$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\sigma_{y*}$ (MPa)	$E^*$ (MPa)	$\epsilon_{y*}$	$\epsilon_{b*}$	$\chi$ zona I	$\chi$ zona III	$\Omega$	$Y_c$	$\tau_{Ys}$
SLHHH (06)	0,06	0,90367	34,7	488	11,2%	405%	60%	52%	0,66	0,42	0,101
SLHLL (01)	0,07	0,90275	31,7	435	11,6%	735%	51%	55%	0,63	0,32	0,118
ELHHH (22)	0,04	0,90465	34,9	472	11,0%	21%	64%	51%	0,65	0,61	0,065
ELHLL (17)	0,04	0,90376	33,3	463	11,1%	454%	65%	57%	0,64	0,46	0,079

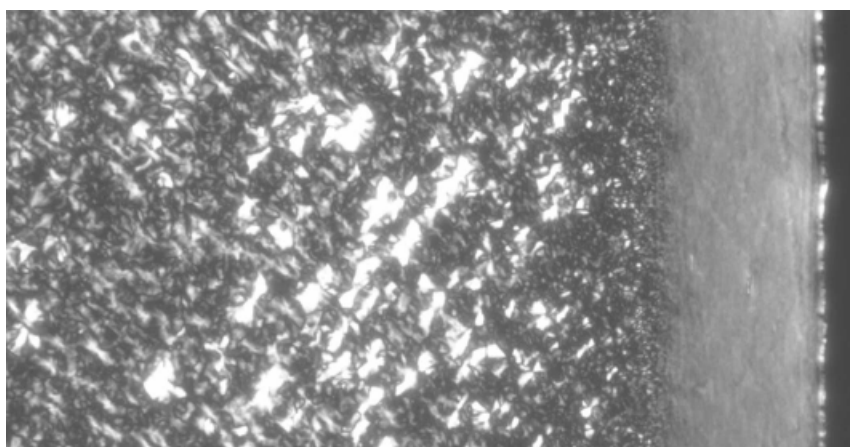
Outra constatação é o alongamento semelhante para a amostra injetada em aço SLHHH(06) e a moldada em epóxi ELHLL(17). A comparação das micrografias mostradas na figura 7.47, revela que, apesar de uma diferença de 10 a 15  $\mu m$  na espessura, a textura aparente

da pele de ELHLL(17) é muito semelhante à de SLHHH(06). A figura 7.47 ainda mostra a micrografia da pele de ELHHH(22), injetada em epóxi sob a mesma condição de SLHHH (06), mas que apresentou baixíssima ductilidade. As micrografias do núcleo das três amostras são mostradas na figura 7.48, mas não revelam grandes diferenças de textura.

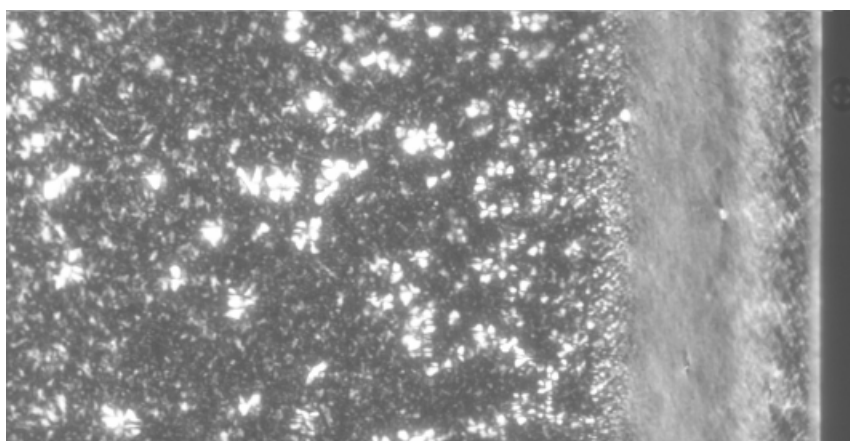
Assim, sem evidências da microscopia, a contribuição da estrutura do núcleo na semelhança do comportamento mecânico de SLHHH(06) e ELHLL(17) poderia ser justificada pelos valores de densidade mostrados na tabela 7.10, que sugerem graus de cristalinidade semelhantes e intermediários entre ELHHH(22) e SLHLL(01). A mesma relação, no entanto, não se verifica com os índices de cristalinidade obtidos por WAXD. Por outro lado, nas peças de comportamento semelhante (06 e 17)  $\chi$  é mais alto na zona I do que na zona III, ao passo que SLHLL (01) mostra o contrário.

FUJIYAMA *et al.* (1988) sustentam que a espessura de lamela é maior na superestrutura shish-kebab do que nos esferulitos. Com isso, o autor justifica o comportamento mais rígido e menos dúctil da pele em relação ao núcleo, e a conseqüente diminuição de  $\epsilon_b$  com o aumento da espessura da pele. No entanto, VIANA *et al.* (2004) afirma que a pele desempenha papel secundário no alongamento em ensaios de baixa velocidade de deformação, e que  $\epsilon_b$  depende fundamentalmente das características do núcleo, embora não do tamanho dos esferulitos. VIANA *et al.* (2004) verificaram uma forte correlação entre o aumento de  $\epsilon_b$  e o aumento do índice térmico  $Y_c$ . Semelhantemente, DE MICCO *et al.* (2007) verificaram que a tenacidade do PP injetado aumenta com  $Y_c$  e diminui com a espessura da pele.

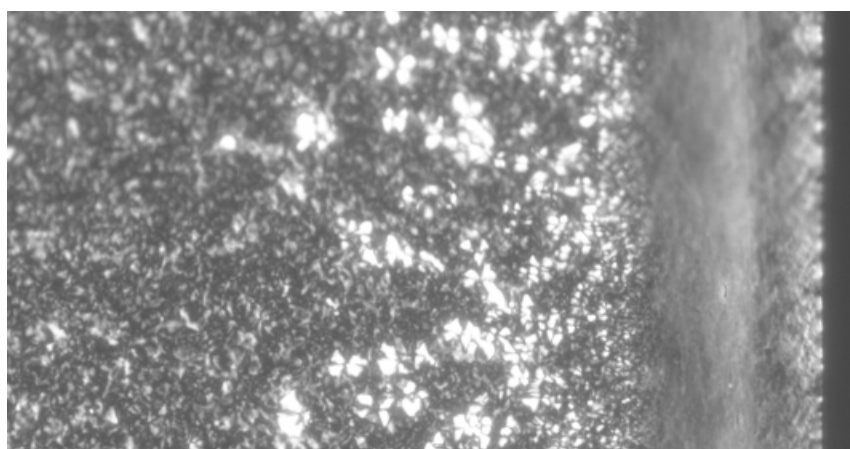
Ainda segundo VIANA *et al.* (2004), o aumento do grau de cristalinidade tem um efeito contraditório no alongamento, uma vez que a redução da quantidade de material amorfo tanto diminui o número de moléculas de amarra entre lamelas cristalinas (*tie molecules*) quanto diminui a influência negativa do emaranhamento (*entanglements*). Na mesma linha, KARGER-KOCSIS (1989) *apud* ALMEIDA (2006) cita efeitos concorrentes do aumento do grau de cristalinidade sobre a tenacidade: por um lado, a menor concentração de moléculas de amarra e, por outro o aumento da espessura e da perfeição das lamelas cristalinas. Assim,  $\epsilon_b$  máximo seria conseguido com um valor ótimo de cristalinidade. Resultado semelhante foi obtido por STERN (2005), que variou a espessura de lamela e o conteúdo amorfo interlamelar indiretamente via diferentes massas molares. Contudo, STERN (2005) ressaltou que a redução de  $\epsilon_b$  a partir de uma massa molar ótima se deveu ao considerável incremento da espessura da pele orientada.



ELHHH(22)



SLHHH(06)



ELHLL(17)

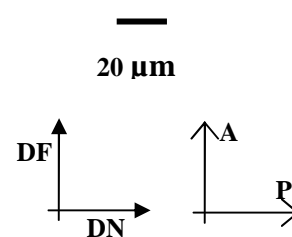


figura 7.47. Micrografias comparando a pele das amostras SLHHH(06), ELHLL(17) e ELHHH(22). Magnificação de 50x.



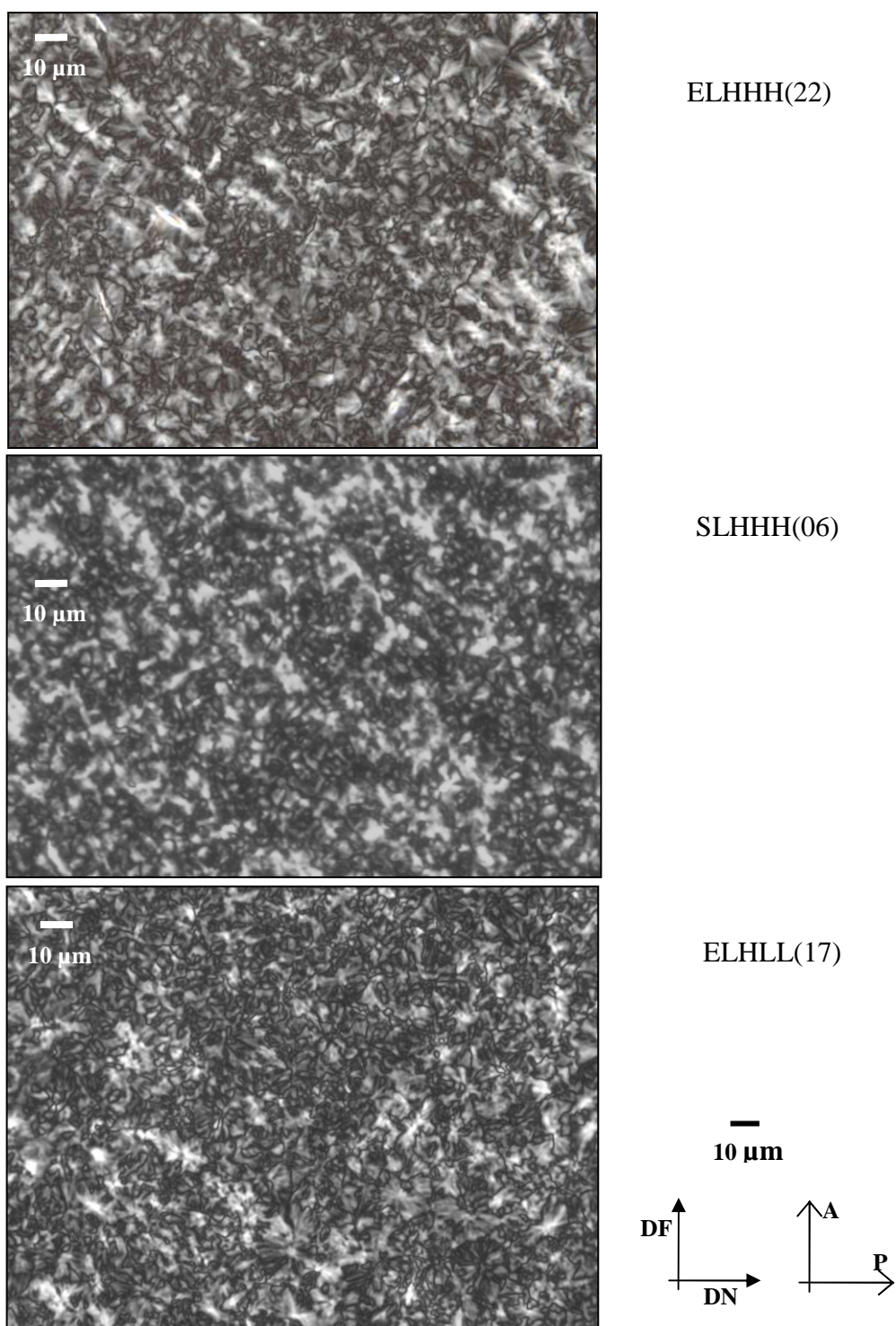


figura 7.48. Micrografias comparando o núcleo das amostras SLHHH(06), ELHLL(17) e ELHHH(22). Magnificação de 50x.

WRIGHT *et al.* (1988) e CERMAK *et al.* (2005 II) observaram a redução de  $\varepsilon_b$  com o aumento da temperatura do molde. Segundo CERMAK *et al.* (2005 II), o molde mais frio tende a aumentar a taxa de nucleação, produzindo esferulitos menores e intensamente conectados por cadeias de amarra. Ao contrário dos esferulitos grandes e de contornos bem definidos, que tendem a promover a fratura, durante o estiramento, essas estruturas são preferencialmente transformadas ao invés de desmembradas.

Retomando-se a análise dos resultados, a figura 7.49 mostra que o alongamento na ruptura dos corpos de prova ensaiados sem extensômetro é inversamente proporcional à densidade obtida em coluna de gradiente. A figura 7.50 mostra a ótima correlação entre  $\varepsilon_b$  e o índice térmico  $Y_c$  e uma razoável correlação com o índice termomecânico  $\tau_{Ys}$ , mais pelo decréscimo de  $Y_s$  (análogo a  $Y_c$ ) do que pelo acréscimo de  $\tau_w$ . Analisando-se o conjunto das peças ensaiadas com e sem extensômetro, pode-se observar que todos os corpos de prova rompidos com  $\varepsilon_b$  inferior à 50 % foram processados com  $T_{mold}$  no nível alto. Dois corpos de prova com  $\varepsilon_b \geq 50\%$  também foram processados com  $T_{mold}$  alto, mas simultaneamente com  $T_{melt}$  no nível baixo. Além disso, todos os corpos de prova com índice térmico  $Y_c > 0,5$  tiveram  $\varepsilon_b < 50\%$ , exceto EHHHL(18). A comparação do alongamento com  $\theta_s$ ,  $\theta_{S/T}$  e  $\Omega$  da zona I, não sustenta qualquer relação com a influência da pele em  $\varepsilon_b$ .

Esse conjunto de resultados confirma a literatura quanto à decisiva influência da microestrutura do núcleo sobre a capacidade de deformação do PP injetado, mas contradiz os autores que observaram aumento do alongamento na ruptura com o aumento do índice térmico  $Y_c$  e/ou do grau de cristalinidade. Portanto, presume-se que a redução da concentração de moléculas de amarra com o aumento do grau de cristalinidade (sugerido pelos maiores valores de densidade e  $Y_c$ ) tenha tido mais importância do que o aperfeiçoamento e crescimento das lamelas cristalinas. A baixa massa molar, indicada pelo alto índice de fluidez do PP XM150K, reforça essa hipótese.

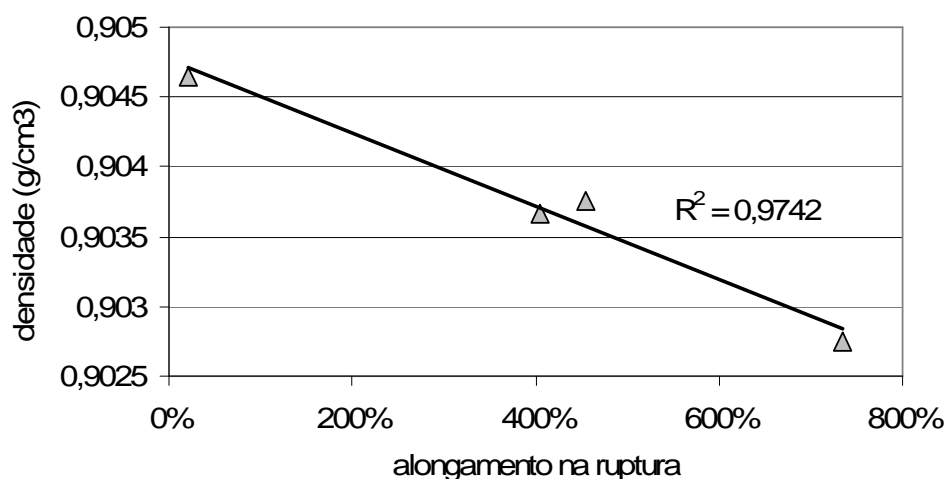


figura 7.49. Correlação entre densidade e alongamento na ruptura ( $\varepsilon_b$ ) das amostras ensaiadas sem extensômetro (tabela 7.10). O coeficiente  $R^2$  representa o ajuste dos dados ao modelo de regressão.

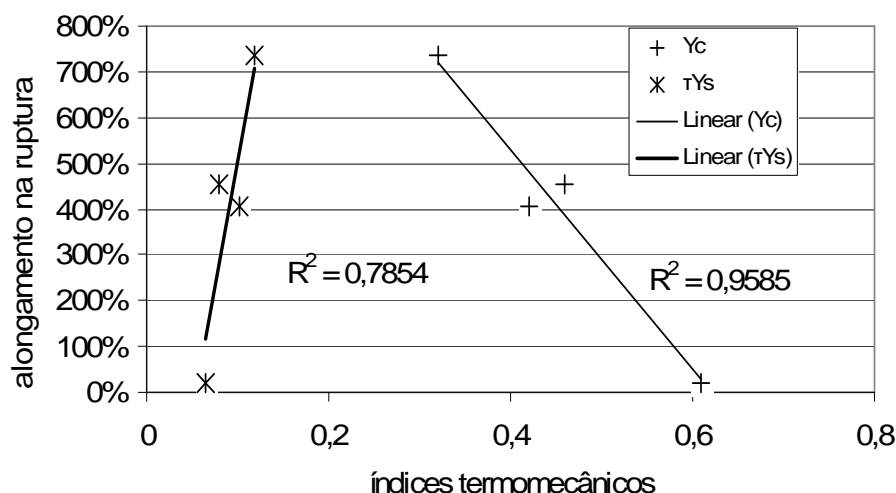


figura 7.50. Correlação entre os índices termomecânicos e o alongamento na ruptura ( $\epsilon_b$ ) das amostras ensaiadas sem extensômetro (tabela 7.10).

#### 7.4.2 Resultados da análise termomecânica dinâmica (DTMA)

Foram submetidas ao ensaio as amostras com extremos de espessura da pele, SLLHL(04) e EHHLH(21). Além dessas, mais três amostras foram ensaiadas para subsidiar a análise do comportamento mecânico semelhante de SLHHH(06) e ELHLL(17) no ensaio de tração.

Para auxiliar a análise dos resultados, a tabela 7.11 exibe as propriedades e índices estruturais já caracterizados. Além das amostras com espessura integral, foram ensaiadas amostras das quais haviam sido removidos 350  $\mu\text{m}$  da superfície em ambos os lados.

tabela 7.11. Amostras de parede espessa selecionadas para ensaios de DTMA.  $\theta_s$ : espessura da pele;  $\theta_{s/T}$ : razão pele/núcleo;  $\rho_{yz}$ : densidade média da seção transversal obtida na coluna de gradiente;  $\sigma_y$ : tensão máxima no escoamento determinada pelos ensaios de tração; índices obtidos por WAXD: índice de cristalinidade  $\chi$ ; índice de orientação molecular:  $\Omega$ .

	$\theta_s$ ( $\theta_{s/T}$ ) $\mu\text{m}$	$\rho_{yz}$ $\text{g/cm}^3$	$\sigma_y$ MPa	zona/nível ( $\mu\text{m}$ )		$\chi$	$\Omega$
SLHLL(01)	110 (7%)	0,90275	31,7	III	1500	55%	0,40
				II	140	53%	0,45
				I	0	51%	0,63
SLLHL(04)	250 (16%)	0,90313	35,0	III	1200	54%	0,40
				II	290	58%	0,38
				I	0	47%	0,43
SLHHH(06)	95 (6%)	0,90367	34,7	III	1510	52%	0,38
				II	150	53%	0,36
				I	0	60%	0,66
ELHLL(17)	70 (4,5%)	0,90376	33,3	III	1628	57%	0,40
				II	90	60%	0,51
				I	0	65%	0,64
EHHLH(21)	40 (2,5%)	0,90506	36,4	III	1095	54%	0,39
				II	80	53%	0,38
				I	0	62%	0,38

Os resultados quantitativos das análises são mostrados na tabela 7.12. As transições  $\beta$  e  $\alpha$  são expressas pelas temperaturas correspondentes aos respectivos picos de  $\tan\delta$  e pelas suas magnitudes. As magnitudes foram corrigidas pela subtração de uma linha base paralela ao eixo X, conforme procedimento adotado por STERN (2005).

tabela 7.12. Resultados dos ensaios de DTMA das peças de parede espessa.

condição experimental	tipo de amostra	transição $\beta$		transição $\alpha$	
		$T_g$	$M_\beta$	$T_\alpha$	$M_\alpha$
SLHLL(01)	integral	20	0,064	90,3	0,038
SLLHL(04)	integral	20,5	0,074	87,5	0,031
	superfície removida	18,7	0,078	91,9	0,034
SLHHH(06)	integral	18,2	0,051	89,7	0,041
	superfície removida	17,1	0,063	90,1	0,045
ELHLL(17)	integral	17,5	0,051	95,4	0,045
	superfície removida	15,7	0,058	97,8	0,039
EHHLH(21)	integral	16,3	0,066	102,7	0,038
	superfície removida	12,3	0,076	95,5	0,032

A figura 7.51 compara o fator de perda ( $\tan\delta$ ) das amostras com extremos de espessura da pele, SLLHL(04) e EHHLH(21). Como primeiras constatações, não se observa um pico para a relaxação  $\gamma$ , relativa à rotação do grupo metil e que ocorre a temperaturas inferiores a  $-40\text{ }^\circ\text{C}$  (STERN, 2005). Bem aparentes são as transições  $\beta$  (por volta dos  $17\text{ }^\circ\text{C}$ ) e  $\alpha$  (em torno de  $95\text{ }^\circ\text{C}$ ). Por volta dos  $150^\circ$ , tem início a fusão do material. Vê-se também que as diferenças entre as amostras com espessura integral e superfície removida são relativamente pequenas, especialmente na transição  $\alpha$ . Mas, apenas as curvas referentes às amostras injetadas em aço apresentam um ombro por volta dos  $160\text{ }^\circ\text{C}$ . Provavelmente, o ombro está relacionado à fusão de cristais metaestáveis ou de menor perfeição, decorrentes das maiores taxas de resfriamento.

A transição  $\beta$  é associada à relaxação da fase amorfa do polipropileno, marcando a chamada “transição vítrea” do material. O fator de perda na região da transição  $\beta$  das amostras com espessura integral é mostrada em detalhe na figura 7.52.

FUJIYAMA *et al.* (1988) mostraram que, devido à predominância da rígida morfologia shish-kebab, a pele das peças injetadas apresentou magnitude da transição  $\beta$  ( $M_\beta$ ) mais baixa que o núcleo esferulítico. Segundo SAMIOS *et al.* (2006) e STERN (2005), a relaxação  $\beta$  resulta menos intensa quando o percentual de material amorfo é menor ou quando a fase amorfa está mais compactada, com as moléculas aproximadas por efeito da orientação.

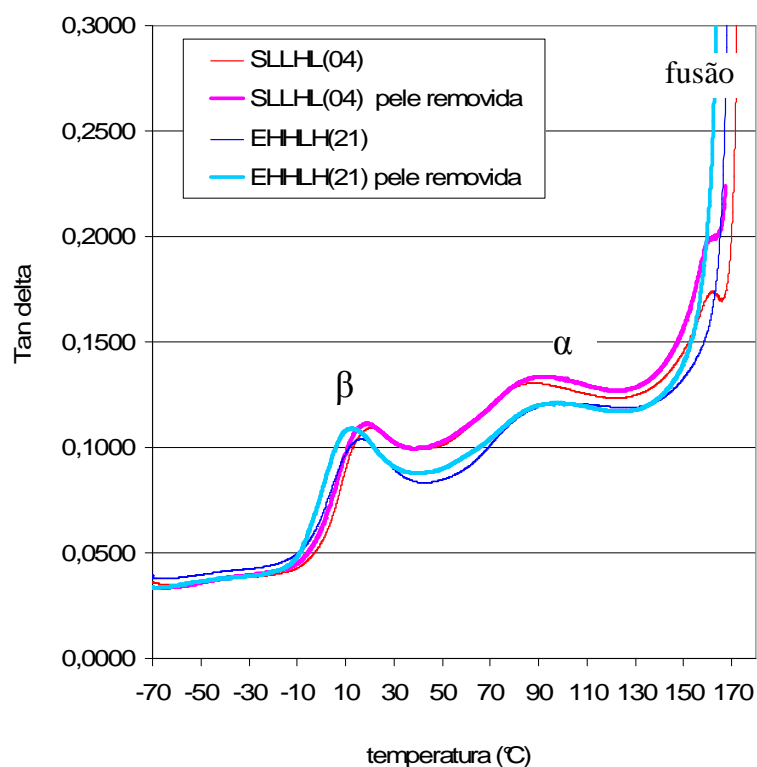


figura 7.51. Fator de perda ( $\tan\delta$ ) obtido por análise dinâmica de flexão em dois pontos para as amostras SLLHL (04) e EHHLH(21), com espessura integral e com remoção de 350  $\mu\text{m}$  da superfície (plano DF-DT) em ambos os lados.

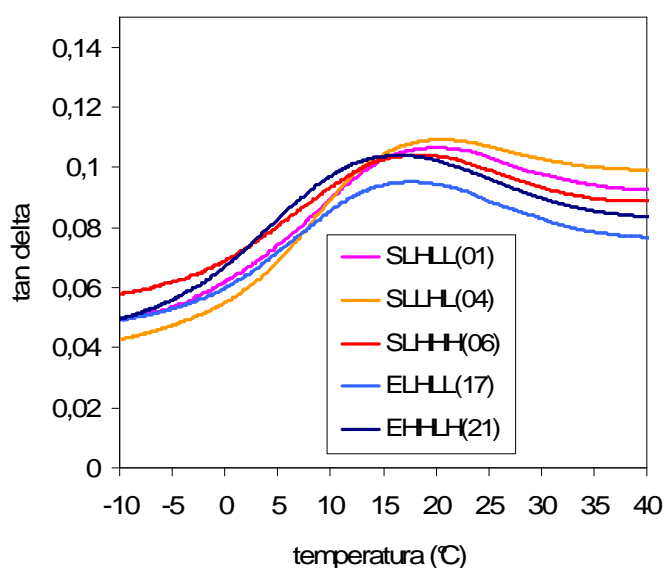


figura 7.52. Detalhamento do fator de perda ( $\tan\delta$ ) na faixa correspondente à transição  $\beta$  para as amostras de paredes espessas sem remoção da superfície.

O resultados da tabela 7.12 aparentemente não mostram relações claras de  $M_{\beta}$  com o processamento. Porém, analisando-se os gráficos da figura 7.53, vê-se que, exceto pela amostra EHHLH(21), a magnitude da transição  $\beta$  é indiretamente proporcional ao índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) e diretamente proporcional ao índice térmico. Em outras palavras, a resposta mecânica diminui conforme aumenta a orientação molecular e aumenta nas amostras em que o

índice térmico sugere maior relaxação da fase amorfa. Contudo, ambos os efeitos deveriam produzir a maior  $M_\beta$  na amostra EHHLH(21). Uma vez que essa amostra possui densidade e índice térmico relativamente bem destacados das demais, é provável que a diminuição da magnitude decorra de um suposto percentual de material amorfo significativamente menor em relação às demais amostras.

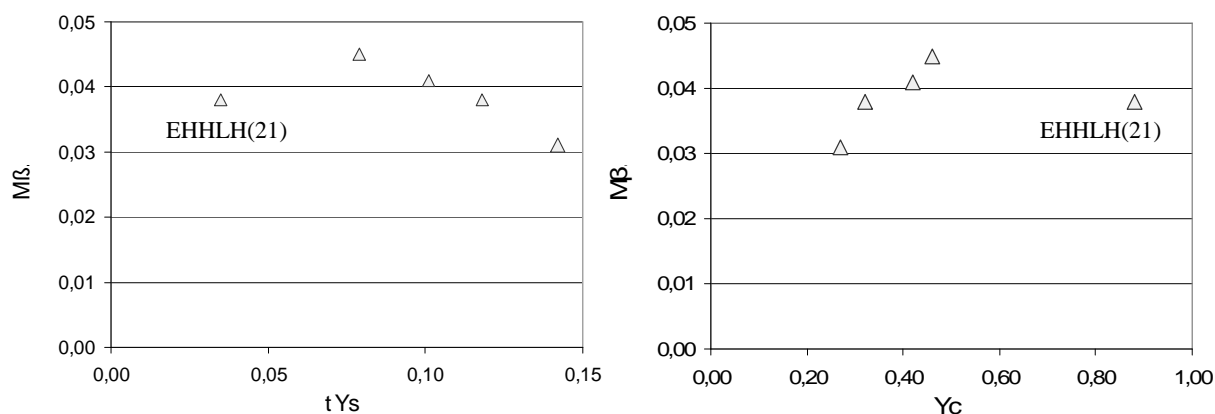


figura 7.53. Correlações da temperatura da magnitude da transição  $\alpha$  ( $M_\alpha$ ) com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) nas amostras de paredes espessas com espessura integral.

STERN (2005) verificou que o aumento da espessura de lamela cristalina por meio de tratamento térmico pode simultaneamente aumentar o módulo e a magnitude da transição  $\beta$ , em função da relaxação da orientação do material amorfo interlamelar. Pelo mesmo motivo, STERN (2005) aponta que o pico de transição vítrea é deslocado para temperaturas mais baixas. Assim, embora mais cristalinas, as peças injetadas em epóxi apresentariam uma fase amorfa com maior volume livre, explicando os menores valores de  $T_g$  em relação aos moldados em aço. Além disso, o material amorfo pode adquirir mobilidade pela redução de componentes mais rígidos em si imersos, como cristais muito pequenos e imperfeitos (ALBEROLA *et al.*, 1995) ou fase mesomórfica (SCHARNOWSKI, 2005). Como exemplo, ALBEROLA *et al.* (1995) obteve reduções de 7 °C na  $T_g$  após recozimento de amostras de PP, processo até certo ponto comparável ao lento resfriamento proporcionado pelos moldes VRE.

Em concordância com a discussão acima, a figura 7.54 mostra que a temperatura de transição vítrea é diretamente proporcional ao índice térmico  $Y_c$  e inversamente proporcional ao índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ).

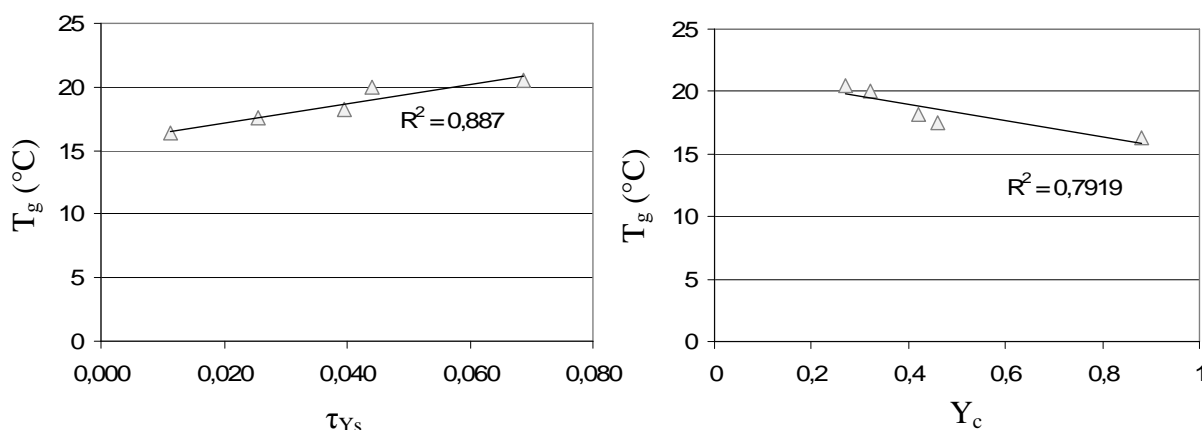


figura 7.54. Correlações da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) nas amostras de paredes espessas com espessura integral.

Em relação às amostras com a superfície removida, em todos os casos houve aumento de  $M_\beta$  e diminuição da  $T_g$ . Esse resultado sugere que, mesmo na pouco orientada camada superficial de EHHLH(21), o material amorfo apresenta-se mais rígido e/ou em menor quantidade, hipótese corroborada pelos índices de cristalinidade  $\chi$  cerca de 8 pontos percentuais mais baixos na zona III em relação à zona I. Nas demais amostras, apenas em SLLHL(04) a diferença de  $M_\beta$  entre as amostras integral e polida é pouco significativa. Aparentemente, o ganho de  $M_\beta$  decorrente da menor tensão residual da fase amorfa nas camadas inferiores à pele foi parcialmente compensado pela menor quantidade de material amorfo no núcleo, uma vez que essa amostra foi a única a apresentar  $\chi$  maior na zona III do que na I.

Com base nessa discussão, pode-se especular que a maior mobilidade da fase amorfa na amostra EHHLH(21) esteja relacionada à uma hipotética redução no número ou na eficiência das moléculas de amarra entre lamelas cristalinas, justificativa apontada na seção 7.4.1 para o pequeno alongamento na ruptura desta amostra. Por extensão, o comportamento mais frágil de SHHLH(05) e ELHHH (22) se enquadraria no mesmo caso, já que essas amostras também possuem  $Y_c$  relativamente alto.

A transição  $\alpha$  reflete deslizamentos cristalográficos na direção do fluxo (PLUTA *et al.*, 2000) e sua magnitude aumenta com a quantidade de material amorfo entre lamelas cristalinas (STERN, 2005) ou com a espessura de uma camada intermediária formada por cristais altamente defeituosos (SAMIOS *et al.* 2006). PLUTA *et al.*, 2000 explicam que a relaxação  $\alpha$  é uma característica de artigos poliolefinicos altamente orientados por processos de estiramento ou compressão uniaxial, pois o alinhamento molecular facilita o deslizamento dos planos cristalinos na direção das cadeias. Por outro lado, STERN (2005) verificou que, em amostras injetadas, o entrelaçamento dos kebabs originários de shishs paralelos atua em senso contrário, enrijecendo o material e reduzindo a magnitude da relaxação ( $M_\alpha$ ). Ainda conforme essa autora, o tratamento

térmico aumenta  $M_\alpha$ , pois proporciona a transformação de shish-kebabs em esferulitos, ou seja, em estruturas termodinamicamente mais estáveis e propensas ao deslizamento cristalino.

Contudo, em relação à transição  $\alpha$ , a análise dos resultados demonstrou-se mais complexa e as interpretações dos dados de temperatura no pico e magnitude foram até certo ponto contraditórias, dificultando conclusões que pudessem subsidiar a explicação das relações do processo com as propriedades mecânicas. Colaborou para isso o fato da literatura consultada abordar a transição  $\alpha$  com menos frequência e profundidade. Além disso, STERN (2005) afirma que ainda existem controvérsias a respeito das causas da transição  $\alpha$ , apesar da sua bem documentada relação com a orientação molecular e PLUTA *et al.* (2002) ainda comenta que a contração sofrida pela amostra em ensaio pode provocar interferências nos resultados da análise, justamente na faixa de temperaturas que vai do pico da transição  $\alpha$  até a fusão.

De todo modo, as diferenças de comportamento na região da transição  $\alpha$  não parecem tão significativos quando comparados à literatura consultada. Contudo, cabe ressaltar que o pequeno alongamento na ruptura mostrado por EHHLH(21) poderia estar ainda relacionado à menor resposta mecânica na transição  $\alpha$ , uma vez que essa amostra teve a maior  $T_\alpha$  e a menor  $M_\alpha$  dentre o grupo analisado.

Por fim, pela figura 7.55 pode-se examinar a dependência do módulo de armazenamento  $E'$  para com a temperatura. Nota-se que não há marcadas diferenças no comportamento do módulo após a transição  $\beta$ , ao contrário do mostrado pela literatura que discute. FUJIYAMA *et al.* (1988) e STERN (2005) relatam quedas mais graduais de  $E'$  em amostras fortemente orientadas (com shish-kebabs), em relação ao módulo de amostras predominantemente esferulíticas. Contudo, o que se observa na figura 7.55 é uma tendência contrária. O módulo da amostra com menor espessura de pele e menor orientação - EHHLH(21) - se mantém inferior ao das amostras com peles mais orientadas até 50 °C. A partir deste ponto, o módulo de EHHLH(21) passa a superar algumas das amostras orientadas, até que a inclinação das curvas de todas as amostras praticamente se igualam, por volta dos 90 °C.

Embora o ensaio não tenha sido estendido até a fusão completa em todas as amostras, também é possível identificar que a amostra EHHLH(21) tem ponto de fusão aproximadamente 5 °C inferior ao da amostra SLLHL(04). FUJIYAMA *et al.* (1988) atribuiu à estabilidade térmica dos shishs a temperatura de fusão em torno de 30° maior na amostra retirada da pele, em relação à amostra representativa do núcleo. Disto presume-se que o ponto de fusão da amostra injetada em aço seja mais alto em decorrência da morfologia diferenciada da pele; por outro lado, especificamente no caso da amostra SLLHL(04), a fraca birrefringência e o baixo índice  $\Omega$  não sugerem a existência de shish-kebabs em proporções significativas.



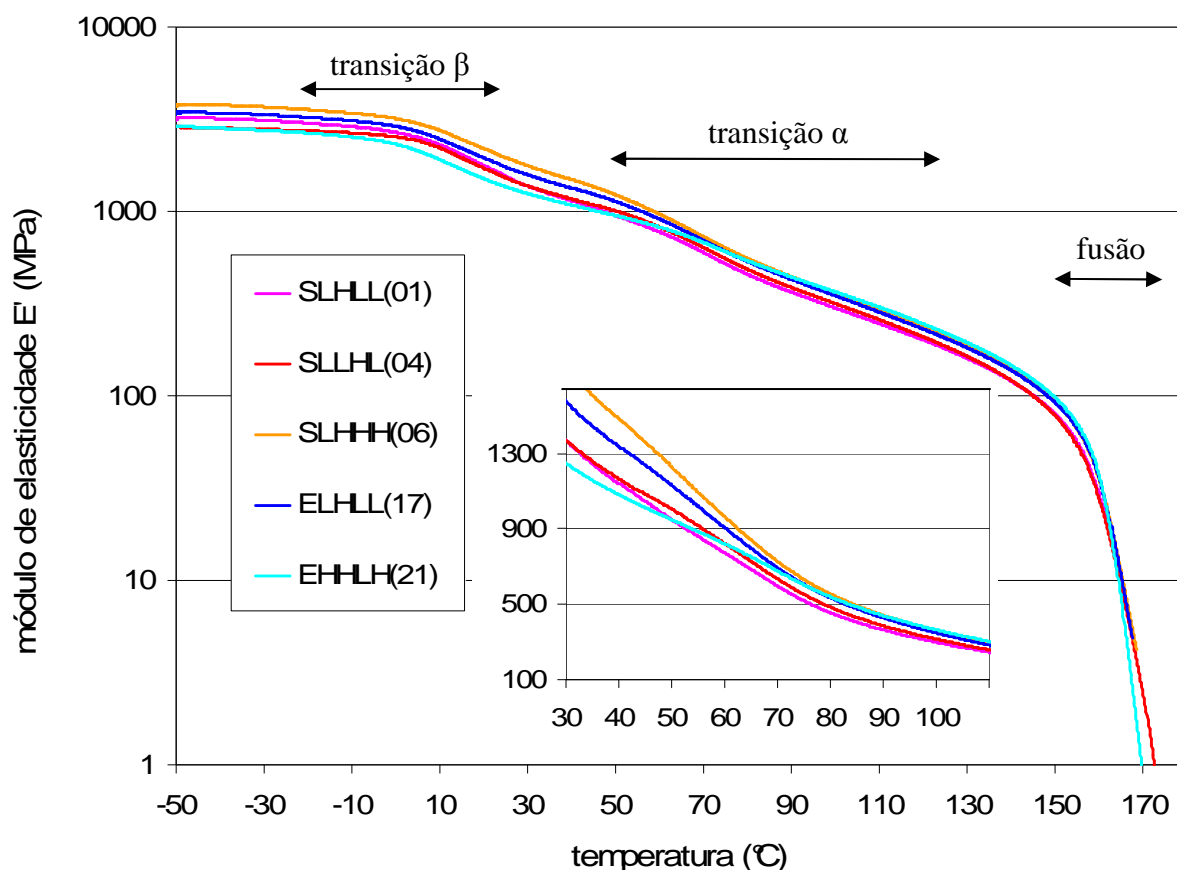


figura 7.55. Módulo de armazenamento ( $E'$ ) obtido por análise dinâmica de flexão em dois pontos para as amostras de parede espessa com espessura integral. O quadro detalha a região onde o módulo de armazenamento da amostra EHHLH(21) ultrapassa os demais.

#### 7.4.3 Considerações finais sobre a influência do processamento nas propriedades mecânicas

O resumo dos resultados, mostrado na tabela 7.13, revela que as diferenças mais significativas entre as propriedades mecânicas dos moldados em aço epóxi, estão no alongamento na tensão máxima de escoamento e alongamento na ruptura, significativamente menores nos moldados em epóxi. Visto que o polipropileno é um polímero de cristalização rápida, o pequeno efeito da taxa de resfriamento sobre o módulo de elasticidade e a tensão máxima não é surpreendente.

Ainda assim, para certas combinações de parâmetros de injeção, o alongamento das peças injetadas em molde VRE se aproximou do obtido em molde de aço. Ou seja, quando o índice térmico  $Y_c$  para uma dada condição experimental de moldagem em epóxi foi semelhante ao de uma outra condição na moldagem em aço, ambas as amostras mostraram comportamento semelhante sob tração, seja no sentido do aumento da ductilidade como no da fragilização.

Conforme a condição experimental, os corpos de prova injetados em epóxi apresentaram variações de módulo e tensão máxima no escoamento de no máximo 9 % em relação aos

moldados em aço, confirmando trabalhos precedentes sobre moldes RRT no laboratório CIMJECT.

Considerando-se as discussões sobre o módulo de armazenamento ( $E'$ ) e a transição  $\beta$ , aparentemente a pele exerceu pouca influência sobre o comportamento termomecânico dinâmico, mesmo nas amostras mais orientadas. Isso reforça a interpretação de que as propriedades mecânicas de tração das peças de parede espessa injetadas em ambos os moldes foram determinadas fundamentalmente pelas características do núcleo. No entanto, viu-se que a pele das peças de parede espessa é relativamente pequena (máximo 16 %) e, na maioria dos casos, pouco orientada, o que certamente reduz a sensibilidade das propriedades à distribuição estrutural pele-núcleo. Assim, a opção por um polipropileno com fluidez propícia à injeção de peças de paredes finas, não proporcionou diferenciações estruturais tão marcantes quanto observado na literatura.

Em relação à fase  $\beta$ , embora percentuais de aproximadamente 5% tenham sido verificados para algumas combinações de parâmetros de moldagem, não se observou o efeito dessa morfologia sobre as propriedades mecânicas.

tabela 7.13. Resumo da comparação das propriedades mecânicas entre peças injetadas em aço e epóxi. E: módulo de elasticidade;  $\sigma_y$ : tensão no escoamento;  $\epsilon_y$ : alongamento na tensão máxima escoamento. Os resultados expressam, em percentuais, o valor da propriedade obtidas nas peças injetadas em epóxi sobre o correspondente na peça injetada em aço, sob memas condições experimentais correspondente.

	E	$\sigma_y$	$\epsilon_y$	$\epsilon_b$
máxima razão epóxi/aço	108,7%	105,2%	98,4%	61,8%
mínima razão epóxi/aço	96,7%	100,8%	76,6%	5,2%
média das razões epóxi/aço de todas as combinações experimentais ensaiadas	103,0%	102,8%	87,5%	-

## 7.5 Avaliação dimensional

### 7.5.1 Comprimento

A tabela 7.14 compara os valores médios, máximos, mínimos e o desvio padrão do comprimento L1 das peças injetadas em aço e epóxi. Pode-se verificar que a variabilidade média das 9 condições experimentais em cada molde é praticamente igual.

O gráfico da figura 7.56 mostra que a contração ao longo do comprimento ( $S_{L1}$ ) das peças injetadas em ambos os moldes ficou dentro da faixa indicada pela literatura para o iPP - de

1,2 a 2,0 % segundo MENGES E MOHREN (1993) e ZUIDEMA(2000) mas ficou acima da faixa de 0,85 a 1,16% esperada para o grade XM6150K (tabela 6.2) para todas as 18 condições.

tabela 7.14. Comprimento L1 das peças injetadas em ambos os moldes (medido após 30 dias). Valores médio, máximos, mínimos, diferença entre máximo e mínimo ( $\Delta L1$ ) e desvio padrão ( $\sigma$ ).

molde	condição	média (mm)	máxima (mm)	mínima (mm)	$\Delta L1$ (mm)	$\sigma$ (mm)
aço	SLHLL	120,20	120,34	120,06	0,28	0,07
	SHHHL	120,80	120,84	120,77	0,07	0,02
	SHLLL	120,12	120,37	119,86	0,50	0,13
	SLLHL	120,70	120,76	120,64	0,11	0,03
	SHHLH	120,35	120,40	120,29	0,11	0,03
	SLHHH	120,73	120,77	120,68	0,09	0,02
	SLLLH	120,14	120,33	119,95	0,39	0,10
	SHLHH	120,80	120,80	120,80	0,00	0,00
	SIII	120,50	120,58	120,42	0,16	0,04
	média	120,48	120,58	120,39	0,19	
epóxi	ELHLL	120,06	120,19	119,93	0,26	0,06
	EHHHL	120,54	120,59	120,49	0,09	0,02
	EHLLE	119,89	120,02	119,76	0,27	0,07
	ELLHL	120,48	120,55	120,41	0,15	0,04
	EHHLH	120,12	120,24	120,01	0,23	0,06
	ELHHH	120,45	120,53	120,38	0,15	0,04
	ELLLH	119,92	120,04	119,80	0,24	0,06
	EHLHH	120,44	120,53	120,35	0,18	0,04
	EIII	120,23	120,28	120,18	0,10	0,03
	média	120,24	120,33	120,15	0,19	

À exceção da condição LHLL, a contração do comprimento das peças moldadas em epóxi foi ligeiramente maior do que as das peças injetadas em aço. Como exemplo, a maior diferença de variação entre peças injetadas nos dois tipos de moldes (1,35 e 1,18 %, sob a condição HLHH) foi inferior a dois décimos de ponto percentual. O experimento, no entanto, não é capaz de explicar até que ponto essa pequena diferença possa estar relacionada à deformação elástica do molde. Outro ponto a ser considerado é a restrição mecânica da contração. Em função da seção estreita no centro do corpo de prova, a contração na direção longitudinal não é livre na cavidade, do que se espera menor contração. Além disso, segundo TITOMANLIO E JENSEN (1996), cavidades mais rugosas tendem a restringir ainda mais a contração do polímero injetado.

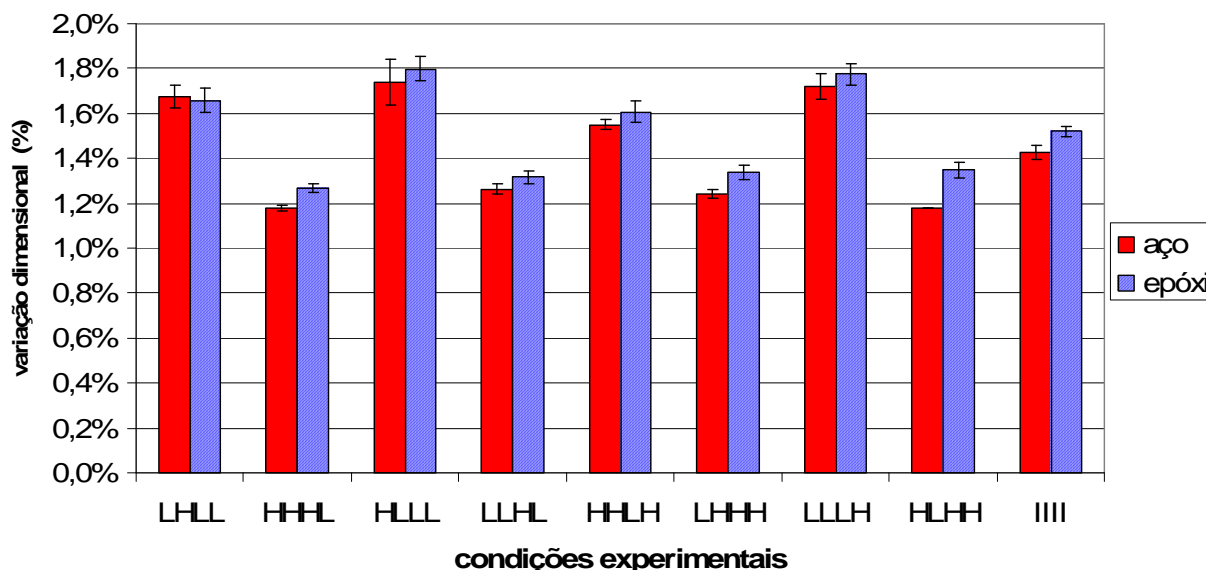


figura 7.56. Comparativo da contração do comprimento das peças de parede espessa. As barras de erro representam um desvio padrão em torno da média das 10 observações.

A tabela 7.15 apresenta as análises de variância (ANAVA) para o comprimento (L1). Os valores de  $R^2$  mostram que os resultados estão bem ajustados ao modelo. A ANAVA revela que a  $P_{hold}$  é o fator de maior efeito no comprimento das peças injetadas em ambos os moldes. Esse resultado era esperado, uma vez que a pressão de recalque compensa volumetricamente a contração do material durante a solidificação. Para o processamento em aço, os demais fatores também influenciam o comprimento significativamente (95 % de confiança), embora com intensidade muito menor. Já no caso da moldagem em epóxi, o único fator significativo além de  $P_{hold}$  é  $t_{fill}$ , cujo aumento reduz o comprimento. Mesmo que o planejamento fatorial incompleto confunda as interações entre fatores aos pares, algumas delas apresentaram significado estatístico. Contudo, dada a pequena intensidade de seus efeitos, pode-se desprezá-las da análise.

tabela 7.15. ANAVA para o comprimento (L1). Em negrito, os efeitos com significado estatístico para um nível de confiança de 95 %.

moldagem em aço						moldagem em epóxi					
fonte	SQ	gl	MQ	F	P	fonte	SQ	gl	MQ	F	P
<b>A:P_hold</b>	6,22393	1	6,22393	1906,4	<b>0,00001</b>	<b>A:P_hold</b>	4,5984	1	4,59841	1943,6	<b>0,0001</b>
<b>B:t_fill</b>	0,125294	1	0,125294	38,38	<b>0,00001</b>	<b>B:t_fill</b>	0,25312	1	0,25312	106,99	<b>0,0001</b>
<b>C:T_mold</b>	0,051714	1	0,051714	15,84	<b>0,0001</b>	<b>C:T_mold</b>	0,00144	1	0,00144	0,61	0,4368
<b>D:T_melt</b>	0,115064	1	0,115064	35,25	<b>0,00001</b>	<b>D:T_melt</b>	0,00760	1	0,00760	3,21	0,0767
<b>AB+CD</b>	0,082304	1	0,082304	25,21	<b>0,00001</b>	<b>AB+CD</b>	0,11400	1	0,11400	48,19	<b>0,0001</b>
<b>AC+BD</b>	0,028652	1	0,028652	8,78	<b>0,0040</b>	<b>AC+BD</b>	0,05940	1	0,05940	25,11	<b>0,0001</b>
<b>AD+BC</b>	0,002486	1	0,002486	0,76	0,3854	<b>AD+BC</b>	0,00024	1	0,00024	0,10	0,7484
<b>Curvatura</b>	0,004080	1				<b>Curvatura</b>	0,00040	1			
<b>Erro</b>	0,263624	81	0,003264			<b>Erro</b>	0,19360	81	0,00236		
<b>Total</b>	6,89715	89				<b>Total</b>	5,22824	89			
<b>R<sup>2</sup></b>	0,961					<b>R<sup>2</sup></b>	0,962				

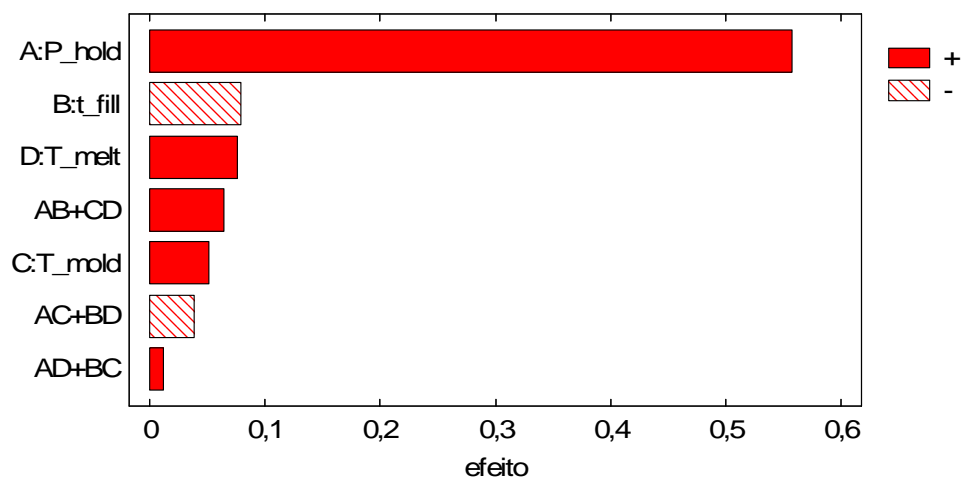


figura 7.57. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre o comprimento (L1) das peças de parede espessa.

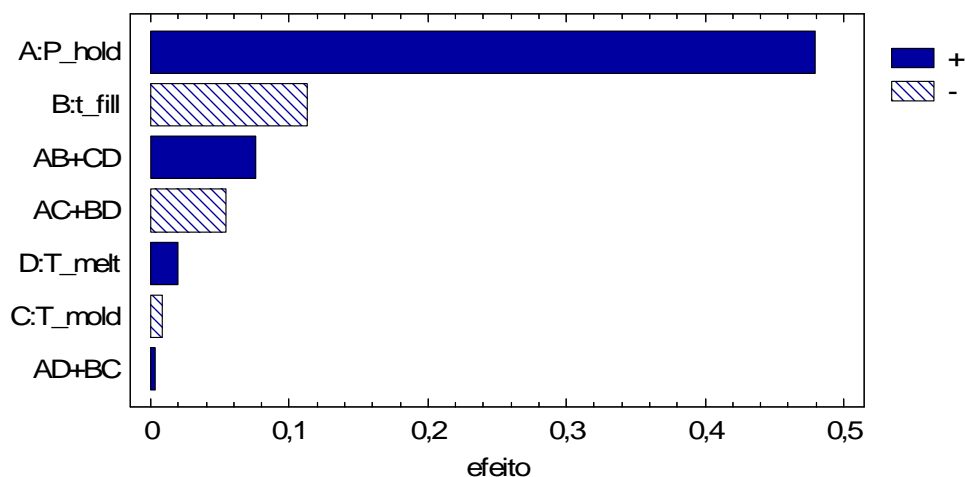


figura 7.58. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre o comprimento (L1) das peças de parede espessa.

### 7.5.2 Largura

Para a largura dos moldados, os resultados foram qualitativa e quantitativamente diferentes. Embora seja evidente que a pressão de recalque também seja o fator de maior influência da diminuição da contração, a figura 7.59 e a figura 7.60 mostram que as peças moldadas em aço sofreram uma contração substancialmente maior do que as moldadas em epóxi, respectivamente na seção larga próximo à entrada (W1) e na seção estreita central (W2). Na seção larga oposta à entrada (W3), a contração das peças moldadas em epóxi foi semelhante ou pouco menor do que nas injetadas em aço (figura 7.61). De forma geral, vê-se que as contrações ficaram dentro da faixa de 1,43 e 1,86 % esperada para o XM6150K (tabela 6.2) em praticamente todos os casos em que  $P_{hold}$  não estava no nível mínimo. E, assim como ocorrera para L1, a variabilidade das medidas de W1, W2 e W3 é semelhante para os moldados nos dois tipos de molde.

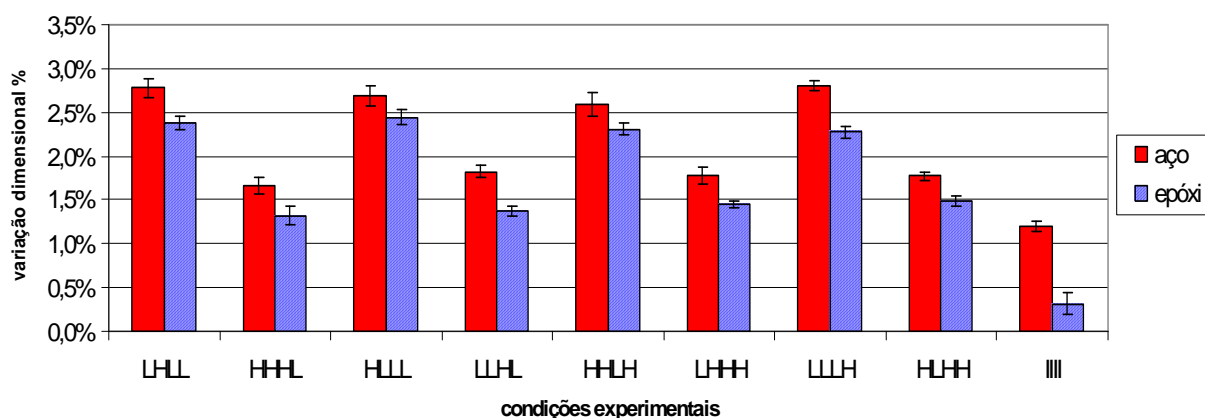


figura 7.59. Comparativo da contração na largura da seção próxima à entrada (W1) das peças de parede espessa.

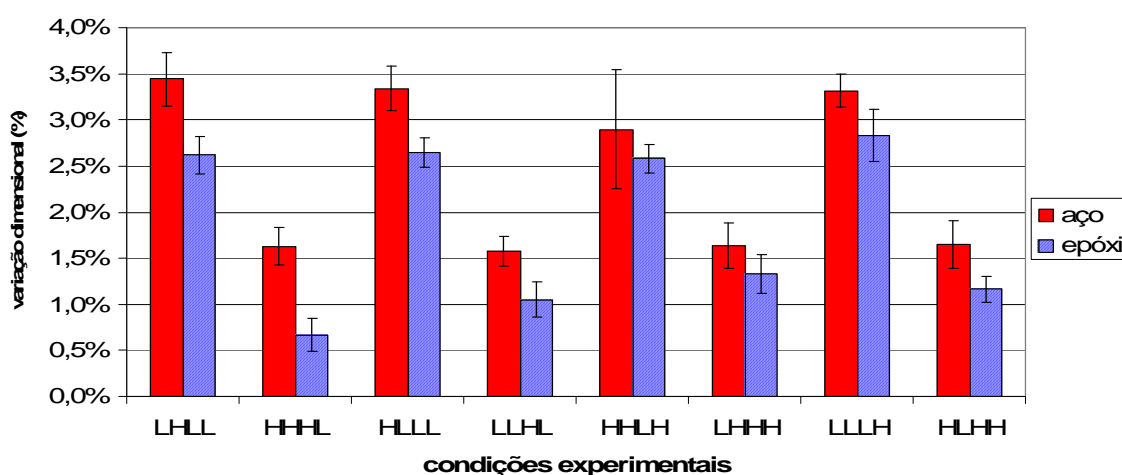


figura 7.60. Comparativo da contração na largura da seção central (W2) das peças de parede espessa.

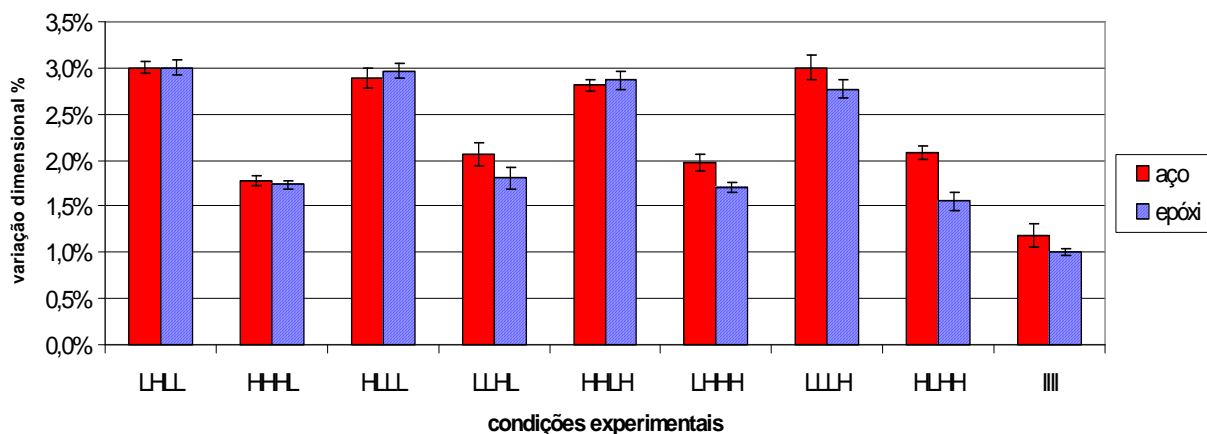


figura 7.61. Comparativo da contração na largura da seção oposta à entrada (W3) das peças de parede espessa.

Apenas a largura W2 foi analisada com maior profundidade, pelos seguintes motivos: as amostras para os diversos ensaios de caracterização foram retiradas da seção estreita do corpo de prova; a largura W3, localizada após o estreitamento, é menos afetada pelo recalque; a entrada

lateral faz com que o fluxo desenvolvido na região da largura W1 não seja transversal ao comprimento do corpo de prova. Contudo, devido a adversidades ocorridas na medição das peças, a condição IIII (ponto central) teve de ser descartada da análise da largura W2.

tabela 7.16. ANAVA para a largura (W2). Em negrito, os efeitos com significado estatístico para um nível de confiança de 95 %.

moldagem em aço						moldagem em epóxi					
<i>fonte</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>P</i>	<i>fonte</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>P</i>
<b>A:P_hold</b>	0,19257	1	0,19257	536,53	<b>0,00001</b>	<b>A:P_hold</b>	0,19208	1	0,19208	1385,7	<b>0,00001</b>
<b>B:t_fill</b>	0,000270	1	0,000270	0,75	0,3885	<b>B:t_fill</b>	0,00112	1	0,00112	8,12	<b>0,0057</b>
<b>C:T_mold</b>	0,001224	1	0,001224	3,41	0,0688	<b>C:T_mold</b>	0,00392	1	0,00392	28,28	<b>0,00001</b>
<b>D:T_melt</b>	0,000877	1	0,000877	2,45	0,1222	<b>D:T_melt</b>	0,00264	1	0,00264	19,08	<b>0,00001</b>
<b>AB+CD</b>	0,000505	1	0,000505	1,41	0,2394	<b>AB+CD</b>	0,00002	1	0,00002	0,14	0,7052
<b>AC+BD</b>	0,002194	1	0,002194	6,11	<b>0,0158</b>	<b>AC+BD</b>	0,00180	1	0,00180	13,02	<b>0,0006</b>
<b>AD+BC</b>	0,001369	1	0,001369	3,82	0,0547	<b>AD+BC</b>	0,0005	1	0,0005	3,61	0,0615
<b>Erro</b>	0,025842	72	0,000358			<b>Erro</b>	0,00998	72	0,00013		
<b>Total</b>	0,224854	79				<b>Total</b>	0,21207	79			
<b>R<sup>2</sup></b>	0,885					<b>R<sup>2</sup></b>	0,953				

Segundo a ANAVA resumida pela tabela 7.16,  $P_{hold}$  é o único fator com destacada influência na largura W2. Enquanto na injeção em aço nenhum outro fator de primeira ordem tem efeito significativo em W2 (figura 7.62), na moldagem em epóxi,  $t_{fill}$  e  $T_{mold}$  têm influências secundárias em sua diminuição e  $T_{melt}$  lhe provoca um ligeiro aumento (figura 7.63).

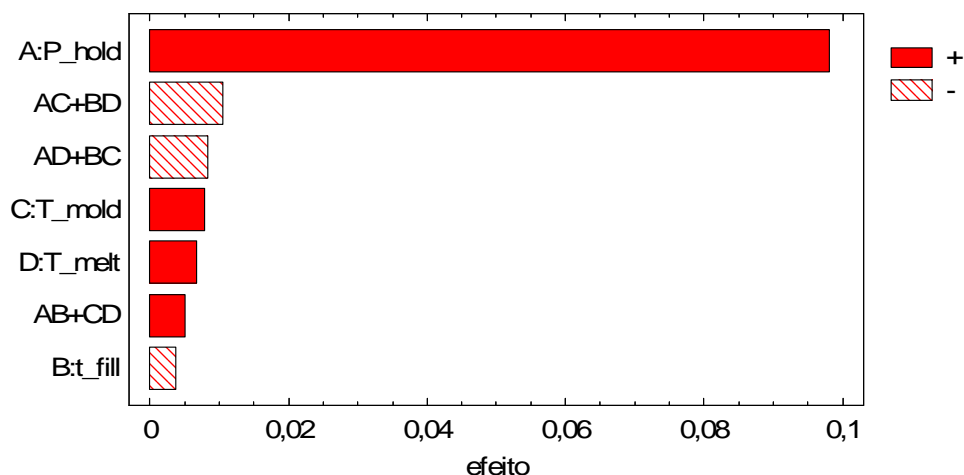


figura 7.62. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a largura (W2) das peças de parede espessa.

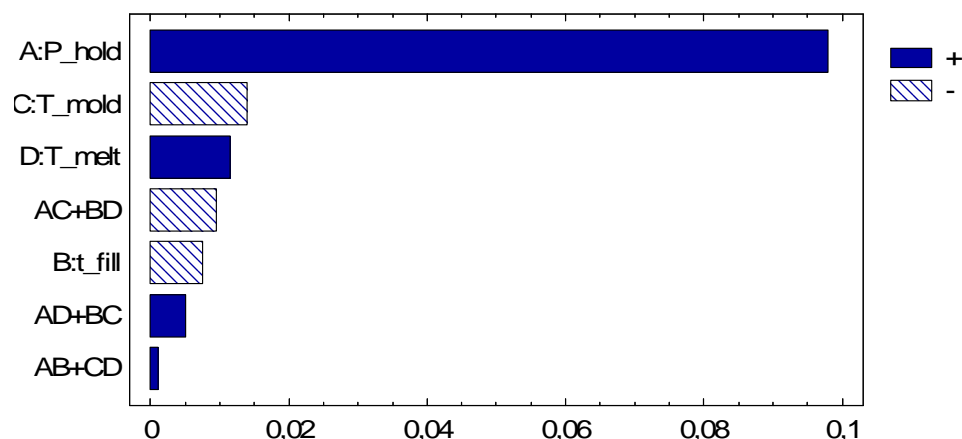


figura 7.63. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a largura (W2) das peças de parede espessa.

### 7.5.3 Espessura

De modo geral, as peças moldadas em epóxi sofreram maior contração em relação às dimensões do molde na direção da espessura. Isso ocorreu, para todas as condições experimentais, na região larga próxima à entrada (T1), como mostra a figura 7.64 e para oito das nove condições, na região oposta (T3). Como mostra a figura 7.65, apenas a condição LHLL provocou variações dimensionais semelhantes na espessura T3, assim como ocorreu para o comprimento. Nota-se que a contração em T3 foi maior do que em T1, especialmente para as peças moldadas em aço, refletindo o menor efeito da pressão de recalque na seção larga a jusante do estreitamento do corpo de prova.

Pela maior dificuldade de medição da profundidade da cavidade nas duas regiões largas, as contrações negativas das espessuras T1 e T3 nas peças injetadas em aço podem ter sido resultado da superestimativa da espessura da cavidade nos respectivos pontos. Esse problema, contudo, não interfere na análise qualitativa dos efeitos.

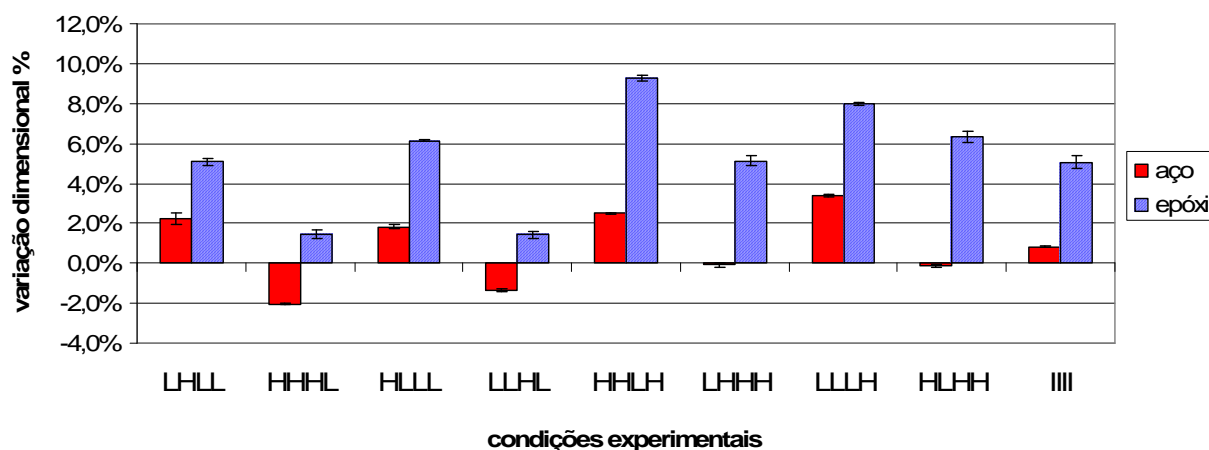


figura 7.64. Comparativo da contração na espessura (T1) das peças de parede espessa.



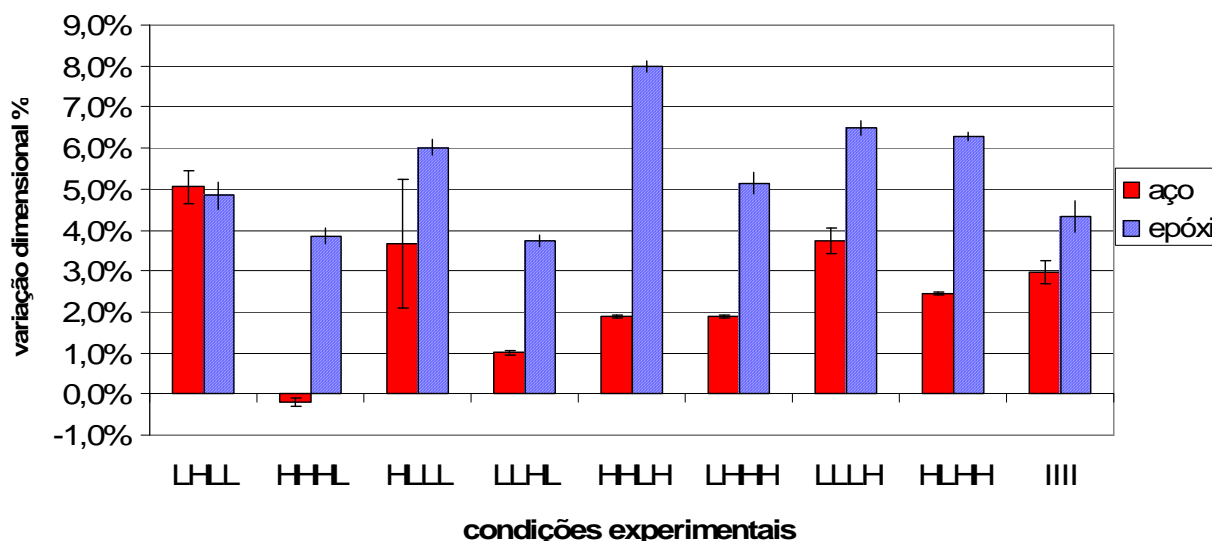


figura 7.65. Comparativo da contração na espessura (T3) das peças de parede espessa.

Pelos mesmos motivos descritos na seção anterior, a análise será aprofundada somente em relação à espessura da seção central estreita do corpo de prova (T2), cujos resultados são mostrados pela figura 7.66. Nota-se que as variações dimensionais nesta região são menores do que em T1 e T3. Porém, a  $P_{hold}$  alta produziu peças com espessura maior do que a do molde. Esse efeito é resultado de uma possível expansão do material imediatamente após a abertura do molde ou da extração, que aliviaria as tensões decorrentes de uma “supercompactação” (*overpacking*), conforme relatado por LEO e CUVELLIEZ (1996). A retenção do corpo de prova nessa região, como mostrado anteriormente pela figura 7.2, é condizente com esse resultado.

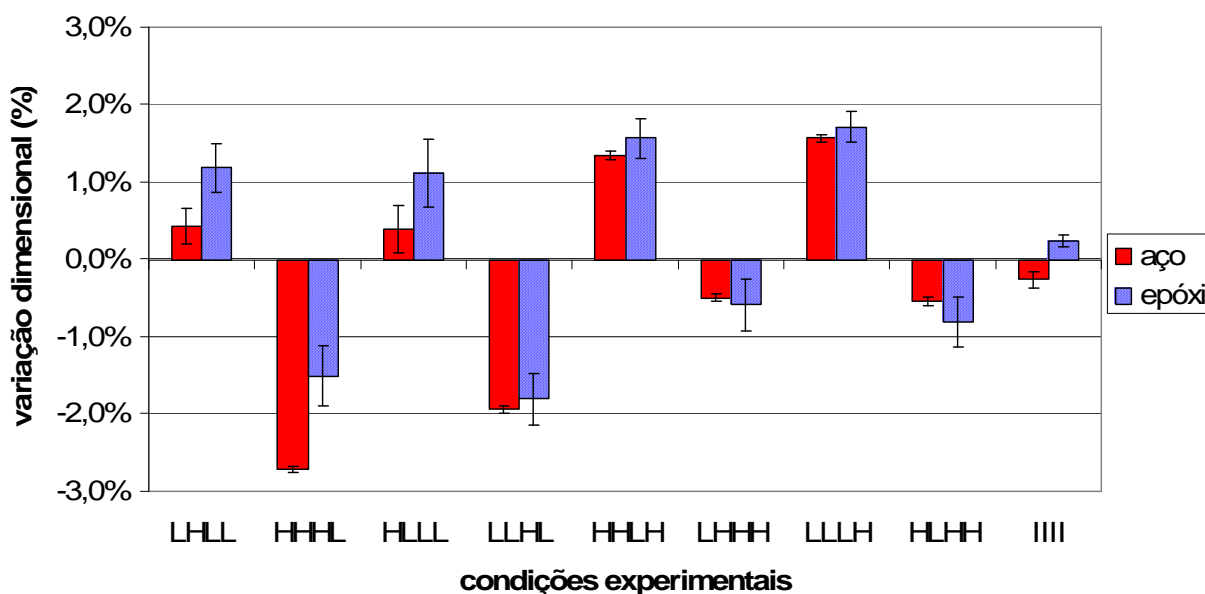


figura 7.66. Comparativo da contração na espessura da zona central (T2) das peças de parede espessa.

A ANAVA resumida na tabela 7.17 mostra que o fator mais importante na variação na espessura é  $P_{hold}$ . No entanto, conforme mostrados pelos gráficos da figura 7.67 e da figura 7.68,

a influência de  $T_{\text{mold}}$  também é bastante significativa, especialmente nas moldagens em aço, e  $T_{\text{melt}}$  e  $t_{\text{fill}}$  apresentaram pequenas contribuições para a contração no molde de aço.

tabela 7.17. ANAVA para a espessura (T2): moldagem em aço à esquerda e em epóxi à direita.

moldagem em aço						moldagem em epóxi					
fonte	SQ	gl	MQ	F	P	fonte	SQ	gl	MQ	F	P
A:P_hold	0,104908	1	0,104908	5877,9	<b>0,00001</b>	A:P_hold	0,13778	1	0,13778	1369,7	<b>0,00001</b>
B:t_fill	0,000987	1	0,000987	55,30	<b>0,00001</b>	B:t_fill	0,00025	1	0,00025	2,58	0,1127
C:T_mold	0,038676	1	0,038676	2167,0	<b>0,00001</b>	C:T_mold	0,01085	1	0,01085	107,94	<b>0,00001</b>
D:T_melt	0,001336	1	0,001336	74,89	<b>0,00001</b>	D:T_melt	0,00002	1	0,00002	0,29	0,5942
AB+CD	0,000357	1	0,000357	20,00	<b>0,00001</b>	AB+CD	0,00046	1	0,00046	4,58	<b>0,0356</b>
AC+BD	0,002679	1	0,002679	150,14	<b>0,00001</b>	AC+BD	0,00112	1	0,00112	11,18	<b>0,0013</b>
AD+BC	0,000365	1	0,000365	20,48	<b>0,00001</b>	AD+BC	0,00011	1	0,00011	1,15	0,2880
Curvatura	0,000004	1				Curvatura	0,00013	1			
Erro	0,001459	81	0,000017			Erro	0,00825	73	0,00010		
Total	0,150773	89				Total	0,15901	89			
R <sup>2</sup>	0,990					R <sup>2</sup>	0,953				

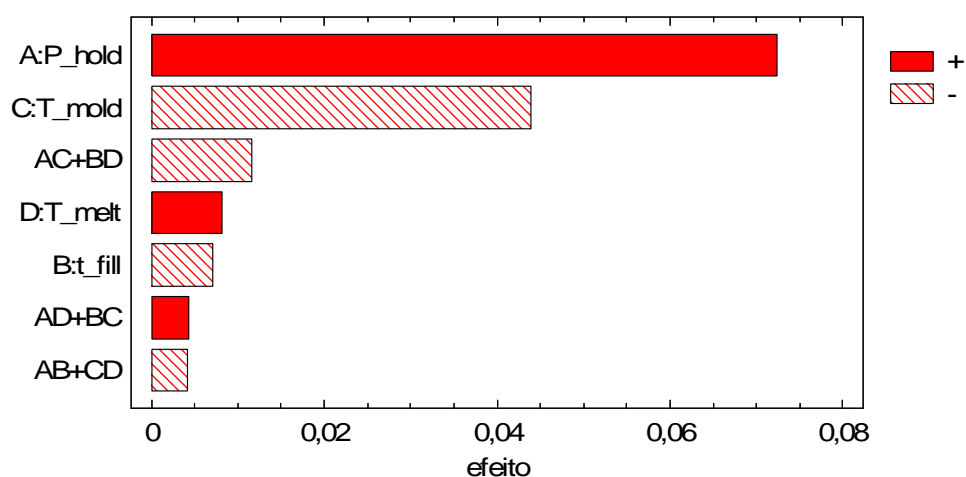


figura 7.67. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a espessura (T2) das peças de parede espessa.

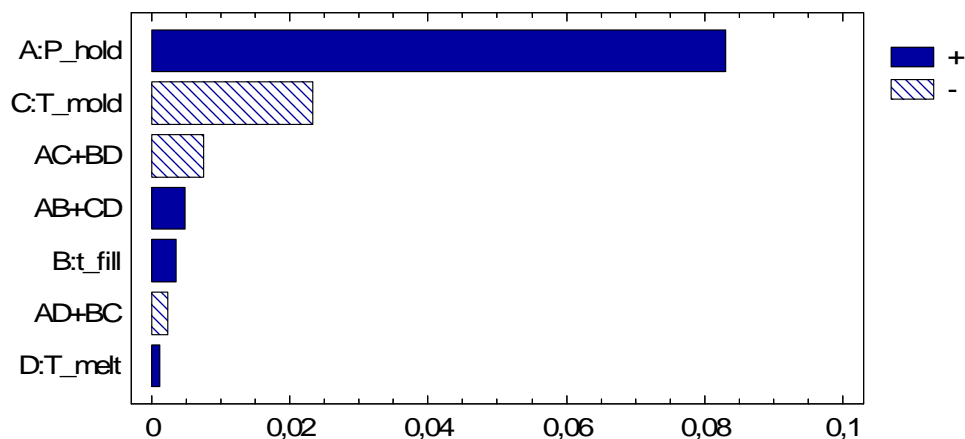


figura 7.68. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a espessura (T2) das peças de parede espessa.

#### 7.5.4 Discussão sobre a avaliação dimensional das peças de parede espessa

As maiores contrações do comprimento ( $S_{L1}$ ) e da espessura ( $S_{T1}$ ,  $S_{T2}$ ,  $S_{T3}$ ) nos moldados em epóxi em relação aos moldados em aço eram esperadas. JAYANTHI *et al.* (1997), POLOSKY *et al.* (1998), DAMLE *et al.* (1998), LI *et al.* (2000) e HARRIS E DICKENS (2003) mostraram que as baixas taxas de resfriamento proporcionadas pelos moldes RRT aumentam o grau de cristalinidade dos polímeros e, com isso, elevam a contração. Contudo, as diferenças de contração verificadas entre os dois tipos de peça foram relativamente pequenas, especialmente em L1 e T2. A observação visual dos gráficos comparativos da contração em função das condições experimentais é suficiente para se concluir que o material do molde realmente afeta a contração. Mas também se percebe que esse efeito é quantitativamente superado pelo efeito da pressão de recalque.

É notório que a contração é resultante da organização das moléculas durante o processo de cristalização, da relaxação de moléculas orientadas pelo fluxo e, em menor grau, da redução no volume livre entre as moléculas amorfas. Porém, parte da variação dimensional final pode ser referente à deformação do molde. A pressão do material fundido pode provocar uma deformação elástica da cavidade (LEO E CUVELLIEZ, 1996; PANTANI *et al.*, 2001) e/ou a abertura do molde, com a conseqüente formação de rebarbas. Em ambos os casos, as peças podem resultar superdimensionadas (JENSEN *et al.*, 1998; HARRIS E DICKENS, 2003). Por outro lado, a força de fechamento tende a diminuir a espessura da cavidade, pela compressão das superfícies de fechamento do inserto. E, especialmente no caso dos moldes em resina também deve-se considerar a contribuição da dilatação térmica do molde na mudança das dimensões da cavidade durante o processo.

Como este trabalho não se propôs a mensurar a deformação dos moldes, não se pode afirmar quanto esses fatores possam ter contribuído para compensar a contração decorrente do ambiente termomecânico do processamento em si. Contudo, parece que a deformação do molde é o motivo da inesperada menor contração na largura ( $S_{W1}$ ,  $S_{W2}$ ,  $S_{W3}$ ) para os moldados em epóxi, descontados possíveis erros de medição.

Outra nota importante foi a constatação de que a variabilidade dimensional foi muito semelhante nos dois tipos de moldado. Para L1, a variabilidade média para as 90 peças injetadas em epóxi (10 peças x 9 condições experimentais) ficou em torno de 0,15 %, bem abaixo dos 0,4 % referidos por LI *et al.* (2000) como tolerância típica para moldagens em insertos produzidos por estereolitografia. A variabilidade de L1 para as peças de aço foi praticamente idêntica. Para as demais dimensões, a variabilidade ficou entre 0,7 e 1,2 %. Contudo, larguras e espessuras estão mais sujeitas a instabilidades do processo, especialmente em relação à formação de rebarbas. De todo modo, mais investigação é necessária sobre esse ponto.

Quanto aos parâmetros de injeção, a tabela 7.18 resume os efeitos de cada fator sobre o comprimento do corpo de prova (L1) e sobre a largura e a espessura da seção estreita (W2 e T2). Os valores apresentados são a diferença entre as médias das observações nos níveis máximo e mínimo do fator. Um efeito negativo representa uma resposta inversamente proporcional ao nível do fator. Os efeitos indicados pela ANAVA como sendo estatisticamente significativos, para um nível de 95% de confiança, são salientados em negrito. Para facilitar a comparação da magnitude dos efeitos em relação a dimensões diferentes, os valores dos efeitos foram divididos pela média das  $10 \times 2^{4-1}$  observações.

tabela 7.18. Efeitos dos fatores sobre as dimensões absolutas das peças de parede espessa: percentual de variação em torno da média das observações. Os efeitos estatisticamente significativos (com 95% de confiança) são salientados em negrito.

	aço	aço	aço	epóxi	epóxi	epóxi
	L1	W2	T2	L1	W2	T2
A: $P_{\text{hold}}$	<b>0,46%</b>	<b>1,65%</b>	<b>2,35%</b>	<b>0,40%</b>	<b>8,05%</b>	<b>2,57%</b>
B: $t_{\text{fill}}$	<b>-0,07%</b>	-0,06%	<b>-0,23%</b>	<b>-0,09%</b>	<b>-1,89%</b>	0,11%
C: $T_{\text{mold}}$	<b>0,04%</b>	0,13%	<b>-1,43%</b>	-0,01%	-0,14%	<b>-0,72%</b>
D: $T_{\text{melt}}$	<b>0,06%</b>	0,11%	<b>0,27%</b>	0,02%	0,33%	0,04%
AxB + CxD	<b>0,05%</b>	0,08%	<b>-0,14%</b>	<b>0,06%</b>	<b>1,27%</b>	0,15%
AxC + BxD	<b>-0,03%</b>	-0,18%	<b>-0,38%</b>	<b>-0,05%</b>	<b>-0,92%</b>	<b>-0,23%</b>
AxD + BxC	0,01%	-0,14%	<b>0,14%</b>	0,00%	0,06%	-0,07%

Em concordância com a extensa revisão de JANSEN *et al.* (1998) sobre contração de diversos termoplásticos injetados em moldes de aço, os valores expressos na tabela 7.18 revelam a ampla predominância do efeito de  $P_{\text{hold}}$  sobre a diminuição da contração. A influência muito destacada da  $P_{\text{hold}}$  em relação aos demais fatores poderia ser apontada como consequência da escolha de um nível mínimo muito próximo do zero, muito abaixo de uma condição industrialmente usada. Contudo, proporções semelhantes foram encontradas por POSTAWA e KOSZKUL (2005) e por GIPSON *et al.* (1999), no qual os níveis de pressão de recalque, estabelecidos via simulação, foram o mínimo e o máximo valor que produzissem peças comercialmente aceitáveis, para 8 diferentes *grades* de PP. Outra concordância com a literatura é o maior efeito percentual de  $P_{\text{hold}}$  sobre contração da espessura em relação às demais dimensões.

A partir da comparação dos resultados de contração com os de densidade (apresentados na seção 7.3.1), presume-se que os níveis altos de  $P_{\text{hold}}$  tenham produzido peças maiores porque a adição de massa compensou volumetricamente a contração decorrente da cristalização e não por uma suposta redução do volume livre da fase amorfa. Esse raciocínio é corroborado pela completa falta de relação verificada entre os resultados de contração e os índices termomecânicos, sobre os quais não incide a pressão de recalque.

Contudo, o efeito da pressão de recalque sobre a densidade geral da peça pode ser melhor discutido somente com base na análise de outras regiões do corpo de prova, especialmente as extremidades.

Ainda segundo JANSEN *et al.* (1998), é praticamente consensual que o aumento da temperatura de injeção diminui a contração, embora em segundo plano na comparação com a pressão de recalque. Trabalhos posteriores confirmam essa tendência (GIPSON *et al.*, 1999; ZUIDEMA, 2000; CHANG E FAISON III 2000; POSTAWA e KOSZKUL, 2005). A temperatura do material mais alta tenderia, em tese, a aumentar o grau de cristalinidade e, assim, aumentar a contração. Porém, os autores explicam que a temperatura alta permite melhores condições para que a etapa de recalque compense a contração pela adição de massa à cavidade, facilitada pela diminuição da viscosidade e pelo retardo na solidificação da entrada.

A maior contração percentual da largura em relação ao comprimento era esperada para o XM6150K, conforme os valores de contração paralela e transversal ao fluxo ( $S_{||}$  e  $S_{\perp}$ ) indicados pelo fornecedor (ver tabela 6.2). Por outro lado,  $S_{L1}$  superou o máximo de 1,16 % esperado para a contração ao longo do fluxo sob todas as condições de processo, ao passo que  $S_{W1}$ ,  $S_{W2}$  e  $S_{W3}$  ficaram abaixo do limite de 1,86 % esperados para a contração transversal sempre que o nível de  $P_{hold}$  foi alto ou intermediário.

A tabela 7.4 mostra que a  $T_{melt}$  diminuiu a contração em todos os casos analisados, mas sempre com pequena influência nas peças moldadas em aço e sem significado estatístico no caso dos moldados em epóxi.

Em relação aos efeitos da temperatura do molde, JANSEN *et al.* (1998) relatam discordância na literatura. LIU e MANZIONE (1996), BAIN *et al.* (1992) e CHANG E FAISON III (2000) verificaram menores dimensões nas peças injetadas em moldes mais quentes (sempre em aço), mesmo na direção do fluxo. Resultados contrários foram obtidos por MAMAT *et al.* (1995) e DELBARRE *et al.* (1991) *apud* CHANG E FAISON III (2000). Para POSTAWA e KOSZKUL (2005), a pequena contribuição desse fator foi positiva para a dimensão transversal ao fluxo e negativa para a dimensão longitudinal. O modelo de BUSHKO E STOKES (1996), para o resfriamento de termoplásticos amorfos entre duas placas paralelas estacionárias, indica que o aumento da temperatura do molde aumenta a contração da espessura, mas não influi na contração na direção do fluxo.

Mas, independentemente do sentido do efeito, a literatura geralmente mostra que a contribuição da temperatura do molde é pequena, ou mesmo nula (ZUIDEMA, 2000), com o que concordam os resultados mostrados na tabela 7.4. A  $T_{mold}$  provocou variação superior a 0,1% apenas para a espessura T2, para as peças processadas em ambos os moldes. Por ser pequeno e

ter sinal contrário, o efeito da  $T_{\text{mold}}$  sobre o comprimento das peças injetadas em aço parece estar mais relacionado a erro experimental do que verdadeiramente ao processo.

Finalmente,  $t_{\text{fill}}$  teve pouca influência na contração das peças injetadas em aço e em epóxi. Os resultados qualitativos são condizentes com as conclusões de POSTAWA e KOSZKUL (2005) e LEO e CUVELLIEZ (1996), que verificaram uma pequena redução da contração para baixas velocidades de injeção. Isso ocorre porque a espessura da camada solidificada torna-se maior, especialmente quando a espessura da entrada é restrita, pois nesse caso o recalque não atua por tempo suficiente para compensação da contração (LEO e CUVELLIEZ, 1996). Em contrário senso, ZUIDEMA (2000) encontrou menor contração com o aumento da velocidade de injeção. Já os experimentos de GIPSON *et al.* (1999) e MACFARLANE E DUBAY (2000) não mostraram qualquer influência significativa do tempo de preenchimento. Explicações e conclusões mais precisas exigiriam um experimento específico para a investigação da influência da velocidade de injeção na contração de peças injetadas em moldes RRT.

#### **7.5.5 Considerações finais sobre a avaliação dimensional das peças de parede espessa**

Em termos gerais, viu-se que a diferença de contração entre peças injetadas em aço e epóxi é relativamente pequena. O esperado efeito das baixas propriedades térmicas da resina epoxídica sobre a contração foi aparentemente superado pela influência da pressão de recalque. Supõe-se que em peças com geometrias complexas, com maiores restrições geométricas à contração, essa diferença resulte ainda menor.

A variabilidade dimensional das peças injetadas em epóxi é semelhante à das moldadas em aço, principalmente para o comprimento. As variabilidades da largura e, especialmente, da espessura, poderiam ser melhor controladas com a adoção de medidas preventivas à formação de rebarbas, no âmbito do projeto, fabricação e montagem dos insertos.

Essas observações demonstram que os moldes VRE podem produzir peças dentro de especificações dimensionais comercialmente aceitáveis desde que:

- a) o projeto dimensional das cavidades em moldes VRE considere valores de contração apropriados, diferenciados do adotado para injeção em aço;
- b) o processo de fabricação garanta as tolerâncias dimensionais apropriadas e especificadas no projeto da cavidade;
- c) os parâmetros de injeção sejam adequadamente escolhidos (com especial atenção para a pressão de recalque e a temperatura de injeção);
- d) que a distribuição de pressão na cavidade seja o mais homogênea possível; para isso é preciso investigar mais especificamente a influência do projeto da entrada e da

programação de perfis de pressão de recalque, uma vez que este trabalho usou níveis de  $P_{hold}$  fixos durante o tempo de recalque;

- e) que seja garantido o paralelismo das faces de fechamento dos dois insertos que compõem o molde.

# *Capítulo 8*

*Resultados e discussão  
sobre a moldagem de peças  
de parede fina*



## **8 RESULTADOS E DISCUSSÃO SOBRE A MOLDAGEM DE PEÇAS DE PAREDE FINA**

Neste capítulo, descreve-se o estudo sobre a moldagem das peças de paredes finas em insertos de aço e epóxi (VRE). Após considerações sobre a moldagem das peças e simulação do processo em CAE, apresenta-se os resultados dos ensaios de caracterização por coluna com gradiente de densidade, MOLP e WAXD. Ao contrário do estudo sobre as peças de paredes espessas, este estudo não teve como objetivos a caracterização de propriedades mecânicas, sendo a conclusão de um primeiro passo na investigação da moldagem das peças de paredes finas em moldes RRT no laboratório CIMJECT. Assim, os ensaios de DTMA visaram apenas à complementação da caracterização estrutural. Os resultados do estudo são comparados com os resultados da moldagem de peças de paredes espessas e, uma vez que a metodologia empregada foi muito semelhante à do capítulo anterior, as descrições e discussões são apresentadas de forma mais sucinta aqui.

### **8.1 Considerações gerais sobre a moldagem**

Uma vez que o estudo se preocupou com a qualidade e não com a produtividade das peças, os tempos de ciclo de injeção para ambos os moldes foram regulados de forma semelhante. A moldagem em epóxi teve tempos de ciclo totais entre 52 e 251 s conforme a condição experimental. Para a moldagem em aço, programou-se tempos de retardo do fechamento do molde e retardo de injeção de modo a que o tempo total de ciclo resultasse praticamente igual ao da moldagem em epóxi. Com este cuidado, o tempo de residência do material no canhão da injetora foi semelhante para a injeção nos dois tipos de molde.

Em todas as condições experimentais, a pressão de injeção programada para a moldagem em epóxi ficou entre 400 e 550 bar (pressão na ponta do parafuso), enquanto as mesmas condições de processo exigiram de 650 a 700 bar para o preenchimento da cavidade de aço. No entanto, visto que as cavidades em aço e epóxi são geometricamente diferentes, a pressão de injeção não pode ser comparada diretamente. Como mostra a figura 8.1, o preenchimento da cavidade de epóxi só foi completo para a condição EHHH(25), onde combina-se alta velocidade, temperatura de injeção e temperatura do molde. Nessa condição, a pressão de injeção programada foi 35 % menor em epóxi (450 *versus* 700 bar). Em tese, a pressão de injeção poderia ter sido ainda mais reduzida se toda a espessura da cavidade de epóxi tivesse 0,7 mm, como no caso do molde de aço.

Para as demais condições experimentais, a pressão foi regulada para que se conseguisse o preenchimento total da região de 0,7 mm de espessura, de onde foram recortadas as amostras

para os ensaios de caracterização. Na moldagem em aço, apenas a condição SLLH(13) não preencheu completamente a cavidade. O aumento da pressão de injeção provocava um excesso de rebarbas, mesmo com o aumento da força de fechamento ao máximo permitido pela injetora.

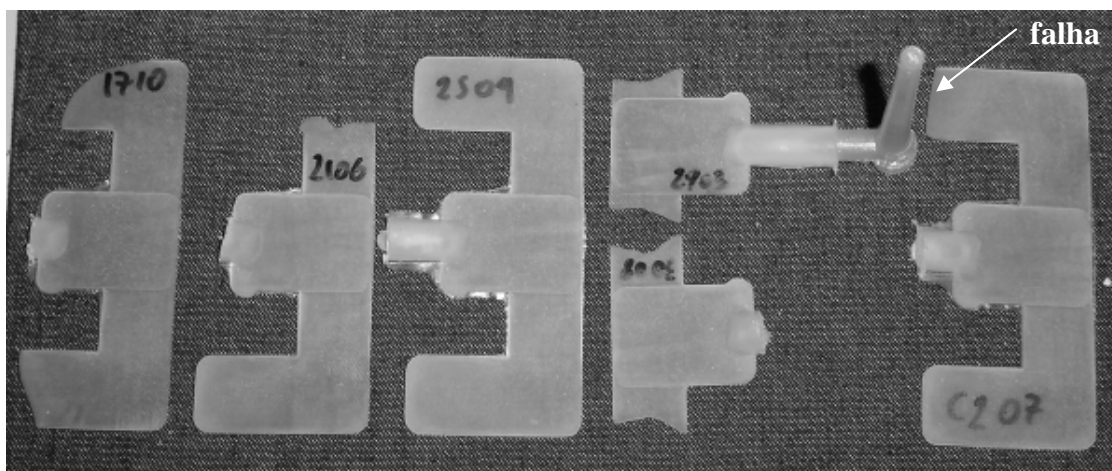


figura 8.1. Falhas de preenchimento nas peças de paredes finas injetadas em epóxi. Da esquerda para direita: ELHL(17), EHLL(21), EHHH(25), ELLH(29), EHLH(30) e EIII(C2).

No molde de aço, rebarbas ocorreram próximo ao canal de alimentação e entrada, uma vez que, conforme já comentado, há uma assimetria muito grande na distribuição de pressão no inserto. Como mostrado pela figura 8.2, para algumas peças as rebarbas invadiram a folga do inserto e dificultaram a extração. O projeto adequado da cavidade no inserto de epóxi permitiu que a moldagem ocorresse sem a formação de rebarbas críticas. Pequenas rebarbas surgiram nas bordas de algumas peças, próximo à entrada e na junção das regiões de 0,7 e 0,4 mm. Rebarbas maiores aconteceram somente no sistema de alimentação, mas em decorrência de folgas nos componentes do porta-molde, sem nenhuma relação com os inserts de epóxi.

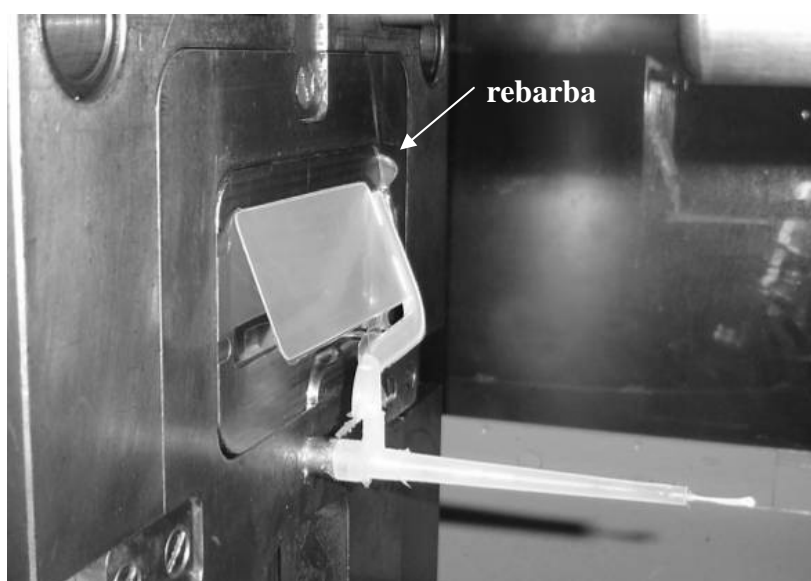


figura 8.2. Extração de peça de parede fina em molde de aço. Retenção no molde pela rebarba no sistema de alimentação.

A espessura das peças sofreu forte variação conforme as condições de processo, mesmo nas peças injetadas em aço. Embora não se tenha feito medições sistemáticas das dimensões das peças de paredes finas, notou-se uma considerável irregularidade ao longo do caminho do fluxo. As peças injetadas em aço resultaram mais espessas na região próxima à entrada, especialmente quando a condição experimental exigia mais pressão para o preenchimento, como no caso de SLLH (baixa velocidade e temperatura de injeção). A tabela 8.1 mostra a espessura  $\theta_T$  medida na região de onde foram removidas as amostras para microscopia, a 10 mm das entradas das cavidades. Nota-se que a variação dimensional das peças injetadas em epóxi seguiu tendências diferentes da moldagem em aço quanto à relação com as combinações de processo.

tabela 8.1. Espessura das peças de paredes finas medida a 10 mm da entrada da cavidade.

condição de injeção	$\theta_T$ ( $\mu\text{m}$ )	
	aço	epóxi
LHL(01/17)	694	780
HLL(05/21)	773	771
HHH(09/25)	773	713
LLH(13/29)	708	688
HLH(1/30)	745	663
III(C1/C2)	745	744

## 8.2 Simulação do processo e determinação dos índices termomecânicos

A tabela 8.2. Resultados da simulação do processo de injeção e índices termomecânicos determinados para as 18 condições experimentais:  $T_b$ : temperatura “*bulk*”;  $T_i$ : temperatura na interface polímero-molde;  $T_s$ : temperatura média da pele;  $v_f$ : velocidade da frente de fluxo na linha média da espessura;  $\theta_f$ : percentual da espessura da peça solidificado;  $\tau_w$ : tensão de cisalhamento máxima;  $\gamma_{\max}$ : taxa de cisalhamento máxima;  $Y_c$ : índice térmico;  $\tau_{Ys}$ : índice termomecânico da pele. apresenta os resultados da simulação do processo de injeção para as 12 condições experimentais. A localização dos elementos das malhas triangulares para os quais foram gerados os resultados, é correspondente às regiões submetidas aos ensaios de caracterização, como mostra a figura 8.3. Simulação do processo de injeção nas peças de parede fina moldadas em aço e VRE: localização do elemento da malha triangular submetido a análise no Moldflow.

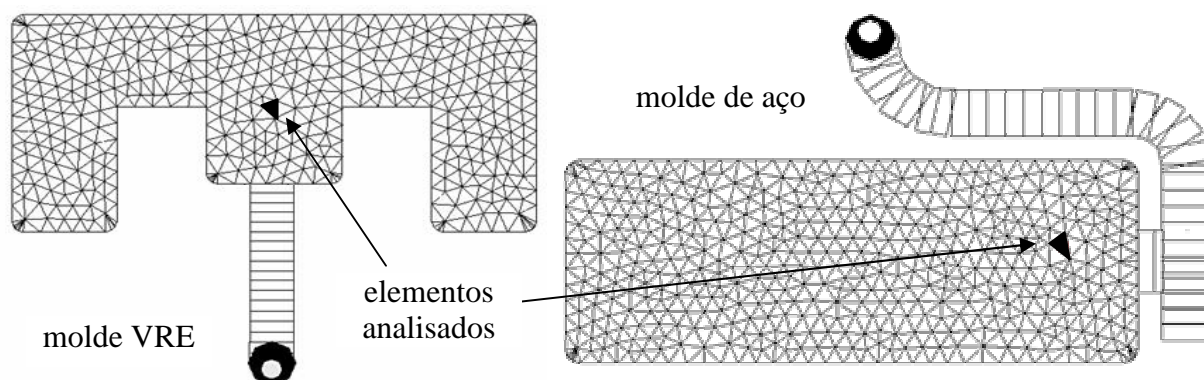


figura 8.3. Simulação do processo de injeção nas peças de parede fina moldadas em aço e VRE: localização do elemento da malha triangular submetido a análise no Moldflow.

tabela 8.2. Resultados da simulação do processo de injeção e índices termomecânicos determinados para as 18 condições experimentais:  $T_b$ : temperatura “bulk”;  $T_i$ : temperatura na interface polímero-molde;  $T_s$ : temperatura média da pele;  $v_f$ : velocidade da frente de fluxo na linha média da espessura;  $\theta_{fl}$ : percentual da espessura da peça solidificado;  $\tau_w$ : tensão de cisalhamento máxima;  $\gamma_{max}$ : taxa de cisalhamento máxima;  $Y_c$ : índice térmico;  $\tau_{Ys}$ : índice termomecânico da pele.

	resultados da simulação						índices termomecânicos		
	$T_b$ (°C)	$\tau_w$ (MPa)	$\gamma_{max}$ (1/s)	$T_s$ (°C)	$v_f$ (mm/s)	$\theta_{fl}$ %	$T_i$ (°C)	$Y_c$	$\tau_{Ys}$
SLHL (01)	187	0,290	55521	157	5.000	0,16	31	0,34	0,208
SHLL (05)	226	0,136	3131	92	6.000	0,51	33	0,47	0,085
SHHH (09)	235	0,237	47600	213	5.000	0,07	72	0,61	0,128
SLLH (13)	179	0,155	3131	134	530	0,43	70	0,40	0,104
SHLH (14)	228	0,123	2442	154	58	0,32	72	0,59	0,068
SIII (C1)	210	0,189	26009	169	2.400	0,17	52	0,47	0,118
ELHL (17)	183	0,134	2879	163	420	0,46	79	0,46	0,085
EHLH (21)	220	0,061	215	126	55	0,34	97	0,69	0,031
EHHH (25)	230	0,097	824	186	440	0,00	122	0,88	0,040
ELLH (29)	176	0,073	288	144	48	0,24	105	0,58	0,041
EHLH (30)	223	0,054	217	170	52	0,07	122	0,87	0,023
III (C2)	205	0,102	1360	169	250	0,18	100	0,67	0,052

As velocidades de escoamento ( $V_f$ ) obtidas na simulação pós-moldagem (mostradas na tabela 8.2) são – surpreendentemente – cerca de 10 vezes maiores na moldagem em aço do que em epóxi. Antes da moldagem, usou-se o Moldflow para estimar velocidades de avanço do parafuso ( $V_{fill}$ ) que produzissem a mesma velocidade da frente de fluxo na cavidade dos dois

moldes. Como a geometria da cavidade de aço é mais larga do que a região de 0,7 mm de espessura da cavidade em epóxi, o parâmetro  $V_{\text{fill}}$  deveria ser maior para que mesma velocidade fosse atingida. Entretanto, mesmo selecionando-se, na biblioteca do Moldflow, a injetora a ser usada na moldagem real, os valores de  $V_{\text{fill}}$  indicados pelo CAE não corresponderam, na prática, ao preenchimento no tempo desejado. Somente esse problema, no entanto, não justificaria diferenças de  $V_f$  tão grandes entre a moldagem em aço e epóxi. Outro fator que colabora para o entendimento do resultado é a maior espessura da camada congelada simulada ( $\theta_{\text{fl}}$ ) na moldagem em aço. Isso causa um substancial aumento da velocidade da frente de fluxo na linha média, em função da redução da área da seção de material não congelado, livre para o escoamento. Mesmo assim, não se chegou a uma conclusão definitiva sobre as causas desse resultado.

Conforme visto na figura 8.1, apenas uma das condições preencheu completamente a cavidade do molde VRE. A figura 8.4 mostra que a simulação pós-processamento confirmou o ensaio de moldagem. As diferenças entre a moldagem simulada e a real decorrem de uma pequena assimetria na espessura da cavidade de epóxi, ligeiramente maior à direita da entrada. Pode-se notar que, neste lado, a frente de fluxo percorreu um maior caminho.

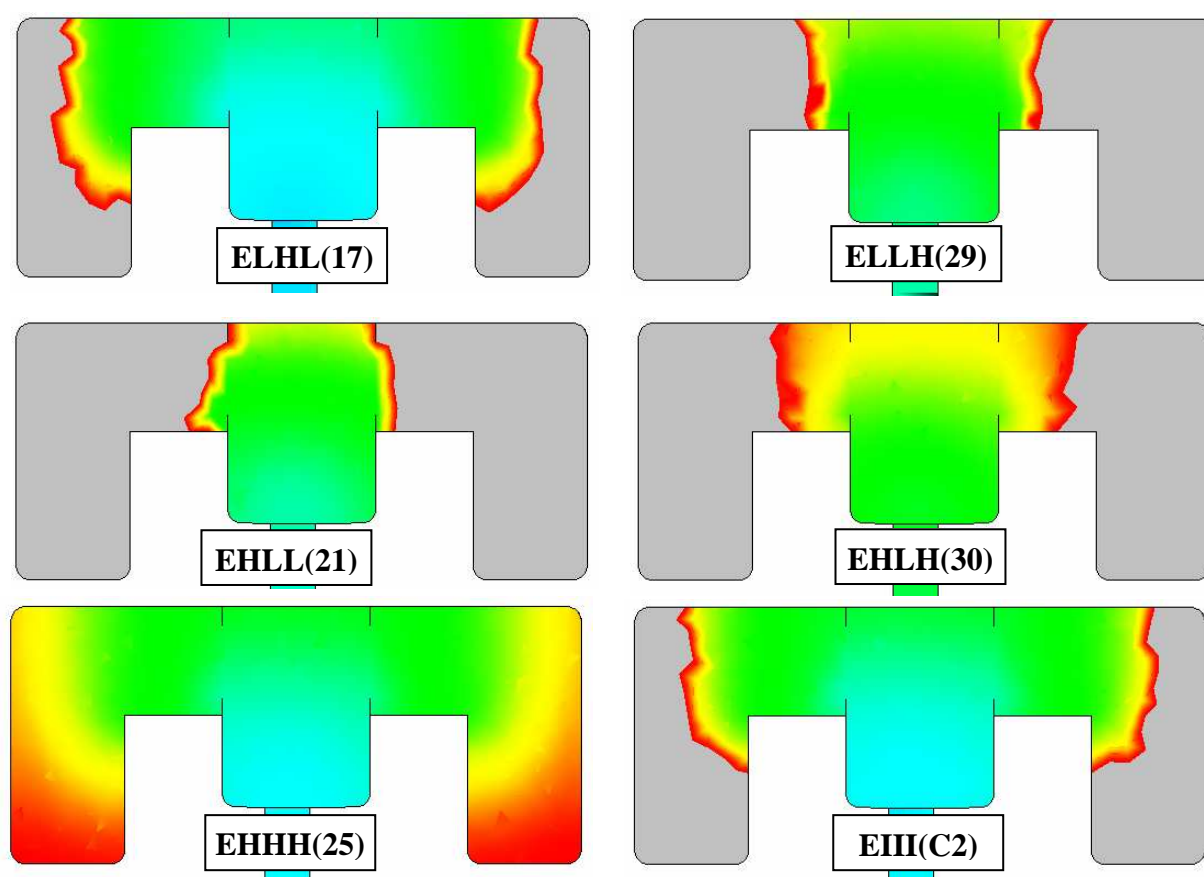


figura 8.4. Simulação do preenchimento das peças de paredes finas injetadas em epóxi.

Os índices termomecânicos mais representativos,  $Y_c$ ,  $\tau_{Ys}$  e  $\tau_w$ , serão constantemente comparados com os resultados da caracterização estrutural ao longo do capítulo. Os valores

apresentados na tabela 8.2 para esses índices serão comparados aos valores referentes às condições experimentais equivalentes na moldagem de paredes espessas (desconsiderando o nível de  $P_{\text{hold}}$ , que era variável nas peças espessas). A análise estatística das relações dos índices termomecânicos  $Y_c$  e  $\tau_{Ys}$  com os parâmetros de injeção seguiu as mesmas tendências já discutidas na seção 7.2 do capítulo anterior e, por isso, não é apresentada.

Uma vez que a simulação informa que o material injetado foi pouco ou nada aquecido pelo preenchimento (ou seja  $T_b \approx T_{\text{melt}}$ ), os valores de  $Y_c$  são muito semelhantes no processamento dos dois tipos de peça, tanto no molde de aço quanto no molde VRE. De fato, a figura 8.5 mostra que existe uma relação praticamente linear, com excelente coeficiente de correlação  $R^2$ , mesmo quando as condições referentes aos dois moldes são consideradas em conjunto. Evidentemente, para uma dada condição experimental, a única diferença substancial entre  $Y_c$  na moldagem em aço e epóxi decorre da temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ), mais alta nos moldes de epóxi, já que depende das propriedades térmicas do material do molde.

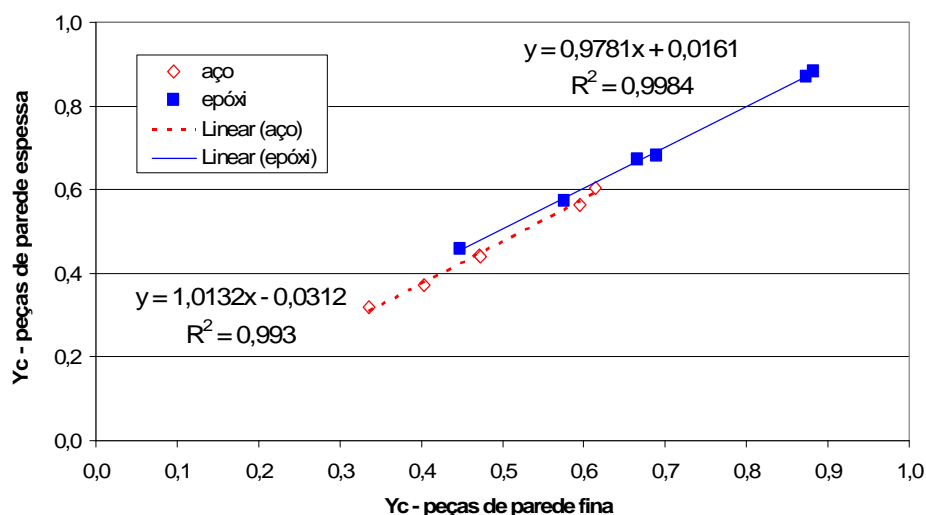


figura 8.5. Relação entre o índice térmico  $Y_c$  das peças de paredes finas e espessas injetadas em aço e epóxi sob condições experimentais com mesmos níveis de  $T_{\text{melt}}$ ,  $V_{\text{fill}}$  e  $T_{\text{mold}}$ .

O mesmo não acontece para o índice termomecânico  $\tau_{Ys}$ , conforme se observa na figura 8.6. A correlação é razoável na moldagem em epóxi e fraca na moldagem em aço, especialmente em função do desvio apresentado pela amostra SHHH(09). Em primeiro lugar, deve-se considerar que a moldagem de paredes finas foi conduzida segundo apenas 6 combinações de parâmetros, contra 9 na moldagem de peças espessas. A menor amostragem pode prejudicar a correlação. Em segundo lugar, se a já comentada baixa velocidade de escoamento nas peças finas injetadas em epóxi tiver decorrido de erro de simulação, seria natural esperar distúrbios na comparação de índices para os fluxos de cisalhamento seja muito influente. Finalmente, o índice  $\tau_{Ys}$  é calculado a partir de um valor  $T_s$  (temperatura média da pele) que é arbitrado pelo operador do *software* de simulação da injeção, em função da análise de um perfil de temperaturas através

da espessura da peça. Uma vez que esse processo pode resultar muito impreciso, a tensão de cisalhamento máxima ( $\tau_w$ ), informada diretamente pelo *software*, é uma alternativa mais isenta para a avaliação do campo mecânico. Contudo, não reflete o campo térmico, isto é, a taxa de resfriamento e o grau de superaquecimento ( $T_b - T_c$ ).

A figura 8.7 mostra que, para  $\tau_w$ , as correlações são mais eficientes. Nota-se que o nível de tensões é maior para as peças de paredes finas, especialmente na moldagem em aço.

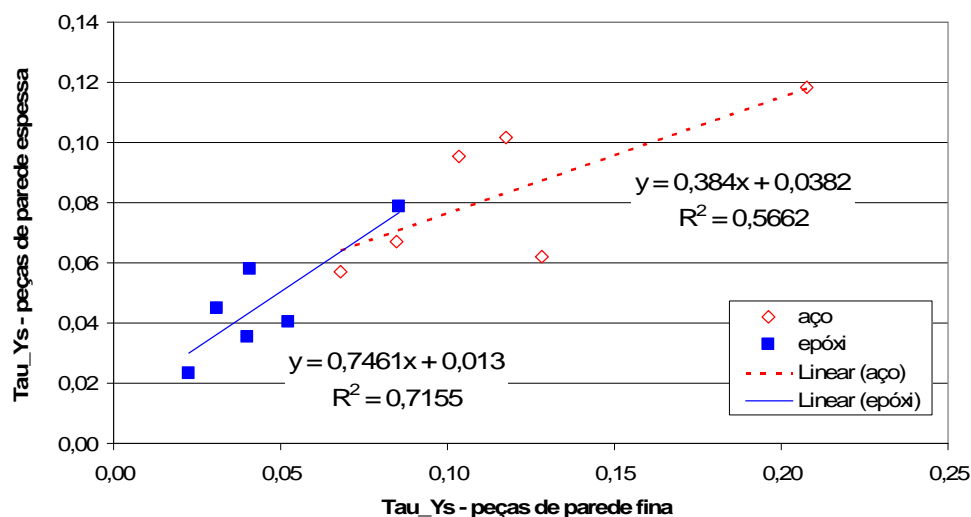


figura 8.6. Correlação entre o índice termomecânico  $\tau_{Ys}$  das peças de paredes finas e espessas injetadas em aço e epóxi sob condições experimentais com mesmos níveis de  $T_{melt}$ ,  $V_{fill}$  e  $T_{mold}$ .

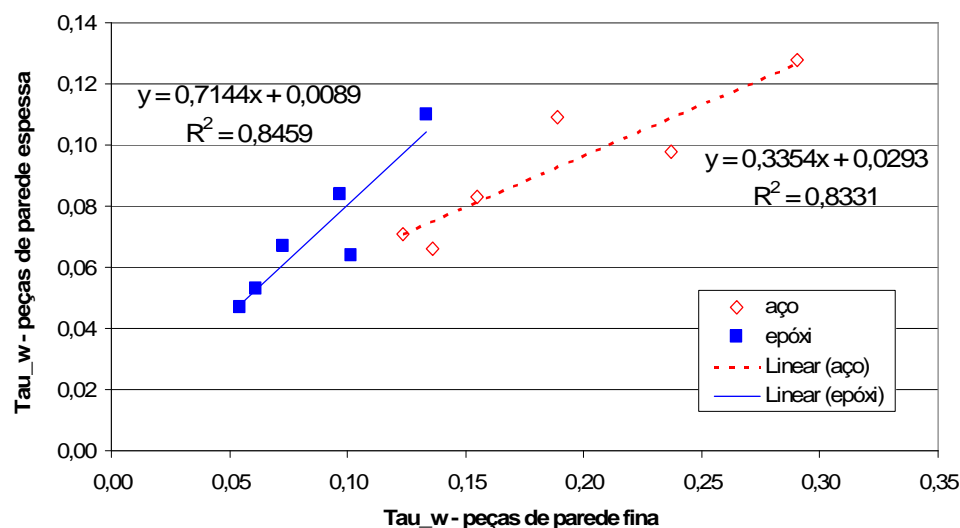


figura 8.7. Correlação entre a tensão de cisalhamento máxima (índice termomecânico  $\tau_w$ ) das peças de paredes finas e espessas injetadas em aço e epóxi sob condições experimentais com mesmos níveis de  $T_{melt}$ ,  $V_{fill}$  e  $T_{mold}$ .

### 8.3 Densidade média da seção transversal

A tabela 8.3 apresenta os resultados classificados quanto à condição experimental e o tipo de molde. Assim como no capítulo anterior, o grau de cristalinidade aparente ( $\chi_p$ ) foi estimado via equação 7.1.

Como mostra a figura 8.8, à exceção da condição LLH (peças 13 e 29), as peças injetadas em epóxi resultaram ligeiramente mais densas do que as moldadas em aço, com uma diferença praticamente fixa em  $0,0014 \text{ g/cm}^3$ . Considerando as densidades das fases amorfa e cristalina do iPP como, respectivamente,  $0,86$  e  $0,94 \text{ g/cm}^3$  (LA CARRUBBA, 2000) e admitindo-se que a densidade fosse influenciada apenas pela cristalinidade, essa diferença significaria apenas  $1,6 \%$  a mais de cristalinidade nas peças moldadas em epóxi. A única exceção foi relativa às amostras processadas sob a condição LLH(13/29), em que houve paridade. Em relação à espessura das peças, a densidade média é maior nas peças espessas, com diferenças médias por volta de  $2,5 \%$ .

tabela 8.3. Densidade média da seção transversal ( $\rho_{yz}$ ) e grau de cristalinidade aparente ( $\chi_p$ ) das peças de paredes finas.

condição experimental	molde de aço			molde de epóxi (VRE)			$\chi_p$ epóxi/aço
	código da peça	$\rho_{yz}$ ( $\text{g/cm}^3$ )	$\chi_p$ (%)	código da peça	$\rho_{yz}$ ( $\text{g/cm}^3$ )	$\chi_p$ (%)	
LHL	01	0,9013	51,6	17	0,9024	53,0	2,8%
HLL	05	0,9013	51,7	21	0,9029	53,6	3,8%
HHH	09	0,9024	53,0	25	0,9037	54,6	3,1%
LLH	13	0,9033	54,1	29	0,9028	53,6	-1,0%
HLH	14	0,9022	52,8	30	0,9035	54,4	2,9%
III	C1	0,9019	52,4	C2	0,9032	54,0	3,0%
médias	-	0,9021	52,6	-	0,9031	53,9	2,4 %

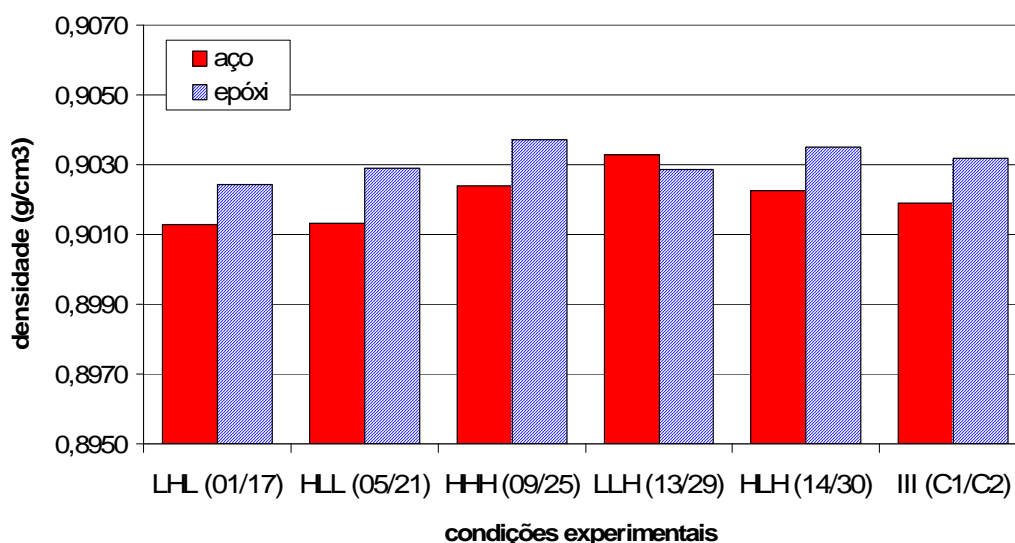


figura 8.8. Comparativo da densidade média da seção transversal das peças de parede fina.



A ANAVA das respostas do planejamento fatorial  $2^{3-1}$  com ponto central, sem réplica (foi usado o valor médio das duas observações) é resumida na tabela 8.4. Nenhum dos fatores é estatisticamente significativo para um nível de confiança de 95 %. Contudo, deve-se considerar que o cálculo do erro experimental é comprometido pela pequena amostragem. Reduzindo-se o nível de confiança a 80 % (valor P inferior a 0,2), tem-se que todos os fatores de primeira ordem são influentes na densidade das peças moldadas em aço e apenas  $V_{\text{fill}}$  não influencia a densidade dos moldados em epóxi. Ressalta-se que, pela baixa resolução do fatorial fracionado, o efeito de um fator de primeira ordem é sempre confundido com a interação entre os outros dois fatores.

tabela 8.4. ANAVA para a densidade: moldagem em aço à esquerda e em epóxi à direita.

moldagem em aço						moldagem em epóxi					
<i>fonte</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>P</i>	<i>fonte</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>P</i>
<b>A:T_melt+BC</b>	1,8E-07	1	1,8E-07	8,55	0,21	<b>A:T_melt+BC</b>	4,4E-7	1	4,4E-7	11,78	0,18
<b>B:V_fill+AC</b>	2,2E-07	1	2,2E-07	10,24	0,19	<b>B:V_fill+AC</b>	4,0E-8	1	4,0E-8	1,08	0,49
<b>C:T_mold+AB</b>	2,4E-06	1	2,4E-06	113,00	0,06	<b>C:T_mold+AB</b>	3,9E-7	1	3,9E-7	10,73	0,19
<b>Erro</b>	2,1E-08	1	2,1E-08			<b>Erro</b>	3,7E-8	1	3,7E-8		
<b>Total</b>	2,8E-06	4				<b>Total</b>	9,1E-7	4			
<b>R<sup>2</sup></b>	0,99					<b>R<sup>2</sup></b>	0,96				

O gráfico da figura 8.9 mostra que  $T_{\text{mold}}$  é o fator mais importante para a densidade das peças injetadas em aço. Mesmo assim, sua magnitude é 100% maior do que na moldagem de peças de paredes espessas.  $V_{\text{fill}}$  e  $T_{\text{melt}}$  são secundários, mas seus aumentos reduzem a densidade. Na moldagem em epóxi, a figura 8.10 permite observar efeitos positivos e com igual magnitude de  $T_{\text{melt}}$  e  $T_{\text{mold}}$  sobre a densidade.

Em um molde de injeção, a variação da taxa de resfriamento através da espessura do moldado não é linear, caindo em direção ao núcleo segundo o quadrado da distância. O núcleo das peças de paredes espessas está mais distante das paredes da cavidade e, por isso, suas características estruturais devem ser menos influenciadas por variações na temperatura do molde. Tal raciocínio é coerente com as maiores densidades verificadas nas peças espessas (em relação às finas), e também explicaria a maior magnitude do efeito de  $T_{\text{mold}}$  nas peças finas, observado no processamento em aço.

A mesma relação não foi observada na moldagem em epóxi. A redução do efeito de  $T_{\text{mold}}$  em relação às peças espessas poderia estar associada ao erro experimental ou a um interrelacionamento de efeitos mais complexo, difícil de ser identificado pelo experimento fatorial fracionado.

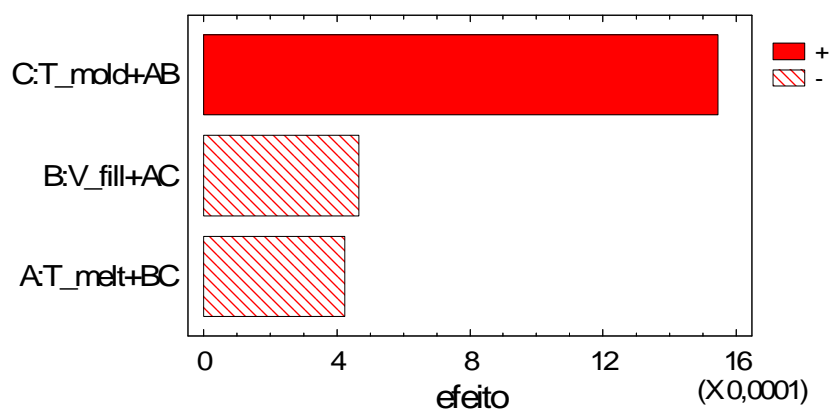


figura 8.9. Moldagem em aço: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a densidade média da seção transversal das peças de parede fina.

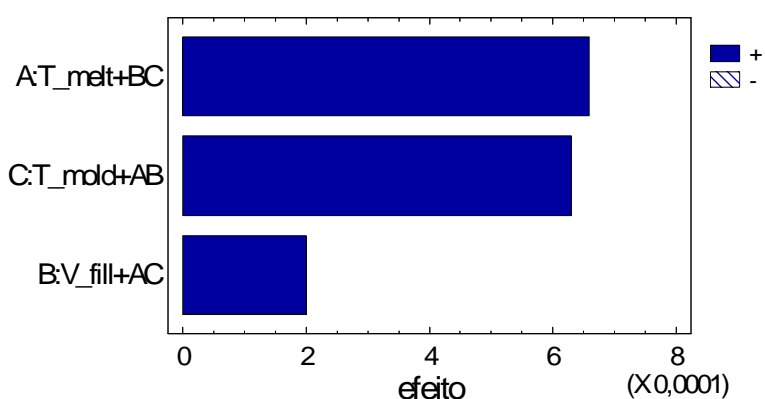


figura 8.10. Moldagem em epóxi: gráfico de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a densidade média da seção transversal das peças de parede fina.

Assim como na moldagem de paredes espessas, a densidade aumentou linearmente com a temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ) e, conseqüentemente, com o índice térmico  $Y_c$ . Tanto a figura 8.11 como a figura 8.12 mostram que o ajuste à regressão linear foi melhor nas peças moldadas em epóxi, uma vez que a densidade da amostra SLLH(13) afasta-se bastante dos respectivos modelos de ajuste com  $Y_c$  e  $T_i$ . Esse desvio pode ser explicado pelo domínio da densidade da pele sobre a do núcleo, uma vez que a pele representa 76% da espessura total. A forte birrefringência e o alto índice  $\Omega$  sugerem que a cristalização induzida pelo fluxo foi responsável pela formação de estruturas bastante alinhadas e, por conseqüência, densas, mesmo sob condições térmicas menos favoráveis à cristalização. De todo modo, a comparação dos dois gráficos revela que a amostragem total de densidade das peças de paredes finas ajusta-se melhor à temperatura de interface polímero-molde do que ao índice térmico.

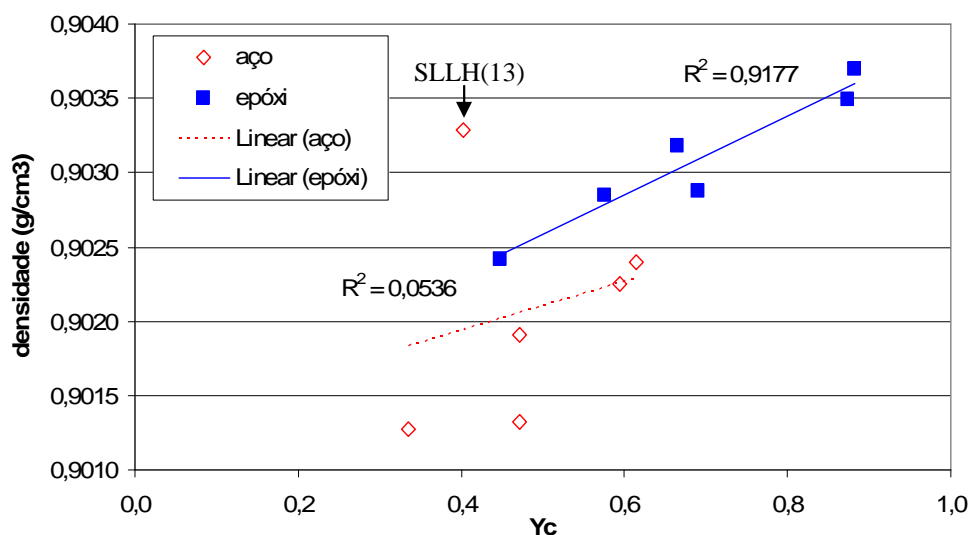


figura 8.11. Correlação entre densidade e índice térmico ( $Y_c$ ): comparação entre peças de paredes finas injetadas em aço e epóxi.

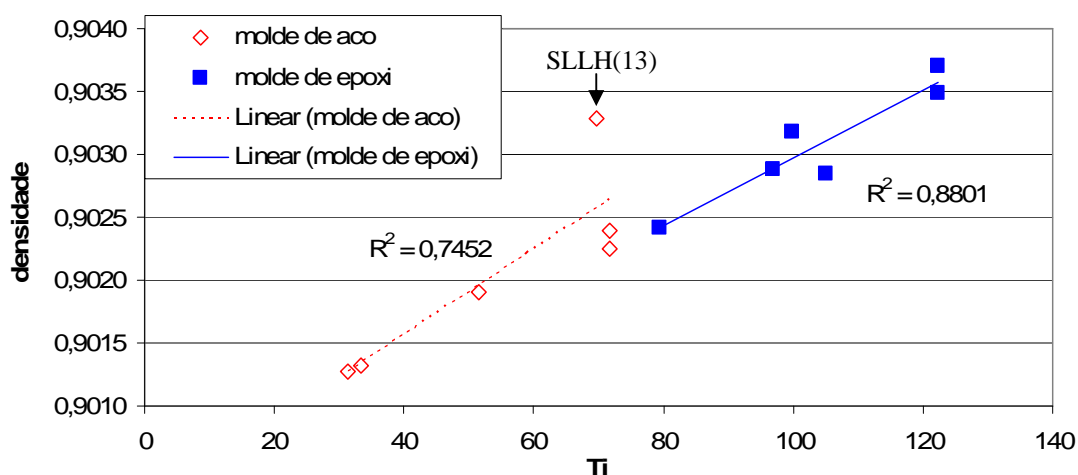


figura 8.12. Correlação entre densidade e temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ): comparação entre peças de paredes finas injetadas em aço e epóxi.

A figura 8.13 compara a densidade das peças de paredes finas e espessas com base nas suas respectivas dependências da temperatura na interface polímero-molde  $T_i$ . Vê-se que, sob condições térmicas equivalentes na interface, as peças de paredes finas tendem a ser menos densas do que as espessas. A menor distância entre o centro da peça e a parede do molde faz com que a taxa de resfriamento média na espessura seja maior nas peças finas. Assim, assumindo-se que a densidade seja diretamente proporcional ao grau de cristalinidade, o núcleo das peças finas não só é menos espesso como também tende a ser menos cristalino.

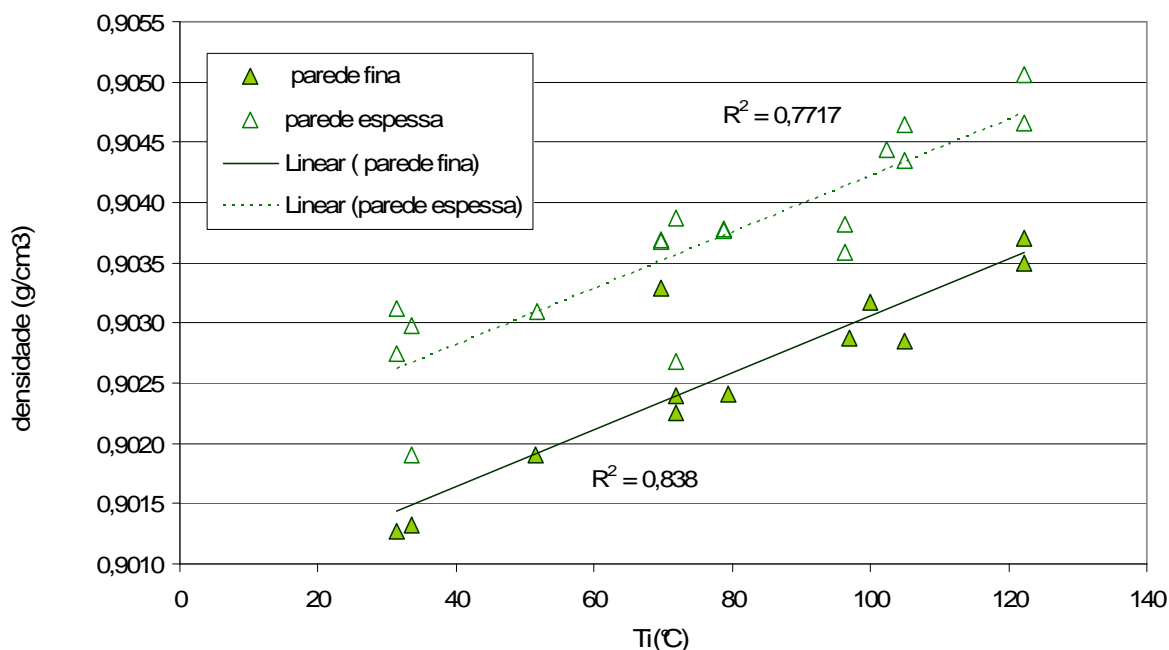


figura 8.13. Correlação entre densidade e temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ): comparação entre peças de paredes finas e espessas.

## 8.4 Distribuição estrutural

### 8.4.1 Resultados da microscopia ótica de luz polarizada (MOLP)

Assim como no estudo das peças de paredes espessas, a análise via microscopia ótica visou à identificação qualitativa da distribuição estrutural e à avaliação quantitativa da espessura da pele. A metodologia de análise e interpretação foi idêntica à do capítulo anterior.

Diferentemente das amostras de parede espessa, as amostras microtomadas a partir das peças de paredes finas apresentaram espessura de pele nitidamente variável ao longo dos seus 12 a 15 mm de comprimento. Naturalmente, o mesmo foi observado para as demais camadas até o núcleo. A irregularidade da espessura de pele observada nas amostras de parede fina, se justifica pela sua proximidade da entrada.

Em geral, a literatura aponta que a espessura da pele diminui ao longo do caminho de fluxo (BRITO *et al.*, 1991; VIANA *et al.* 2002), embora a maior temperatura mantida nas proximidades da entrada possa contribuir para o afinamento da pele (GUO *et al.* 1999) nessa região. De todo modo, os mínimos de espessura da pele são geralmente encontrados no final da cavidade, onde o fluxo em fonte costuma ser menos desenvolvido, em função da redução da velocidade de escoamento, e onde o material permanece menos tempo sob tensões de cisalhamento (SAIU *et al.*, 1991; KADOTA *et al.*, 1988).

A distribuição geral de camadas das peças injetadas em aço é mostrada na figura 8.14. A camada 1, correspondente à pele, é muito bem definida, tanto com as amostras orientadas a 45°

em relação aos polarizadores, como na posição de extinção. A camada 3, região menos orientada do núcleo, aparece como uma faixa bem estreita e de espessura praticamente inalterada, o que era de se esperar, uma vez que a pressão programada para o recalque foi igual em todas as condições experimentais. Por sua vez, a camada 2 tem uma birrefringência nitidamente diferente da camada 3. Mas, não se nota uma variação marcada de birrefringência como nas peças de paredes espessas, em que foi possível subdividir a camada 2 em duas zonas a e b. Além disso, sua textura parece ter uma orientação que diverge em alguns graus da direção normal à superfície. PONTES *et al.* (2002) atribuíram estruturas com aspecto e localização muito semelhantes à orientação provocada pela pressão de recalque.

Nas peças injetadas em epóxi, mostradas na figura 8.15 nota-se peles menos espessas, mas igualmente bem definidas, à exceção de EHLH(30). A camada 3 é praticamente igual à das peças injetadas em aço, mas a camada 2 não apresenta textura com aparente orientação.

A figura 8.16 compara as micrografias das amostras injetadas em aço e epóxi sob as condições LLH e HLH. Entre as peças injetadas em aço (13 e 14), nota-se que a espessura da camada 1a/1b (é difícil discernir 1a de 1b) é praticamente igual, a despeito da diferença de  $T_{melt}$ , ao passo que a espessura da zona mais orientada da pele (camada 1c) praticamente duplicou sob o nível baixo de  $T_{melt}$ . Nas peças injetadas em epóxi (29 e 30), a primeira camada (1a/b) é muito estreita e com textura mais grosseira do que em aço. Mas, de forma similar, sua espessura não é afetada pela  $T_{melt}$ . O nível de  $T_{melt}$  influencia fortemente a orientação molecular, como se vê não apenas pela espessura da camada 1, como também pela sua textura.

O efeito da variação de  $T_{mold}$  pode ser percebido quando se compara as micrografias das peças injetadas sob condição HLL (05 e 21), na figura 8.17, com as peças HLH, da figura anterior. Na peça injetada em aço SHLL(05), a pele apresenta suas três subcamadas bem definidas, pois, com base no discutido no Capítulo 2, a baixa  $T_{mold}$  promove a formação de uma camada superficial 1a menos cristalina. Por outro lado, vê-se que a espessura total da pele foi pouco afetada. No processamento em epóxi, a redução de  $T_{mold}$  tornou a pele de EHLL(21) mais espessa do que em EHLH(30), embora seja difícil identificar suas subcamadas, especialmente 1c. Isso sugere que os níveis de orientação da pele de EHLL(21), assim como de EHLH(30), sejam muito baixos na comparação com os respectivos pares injetados em aço.

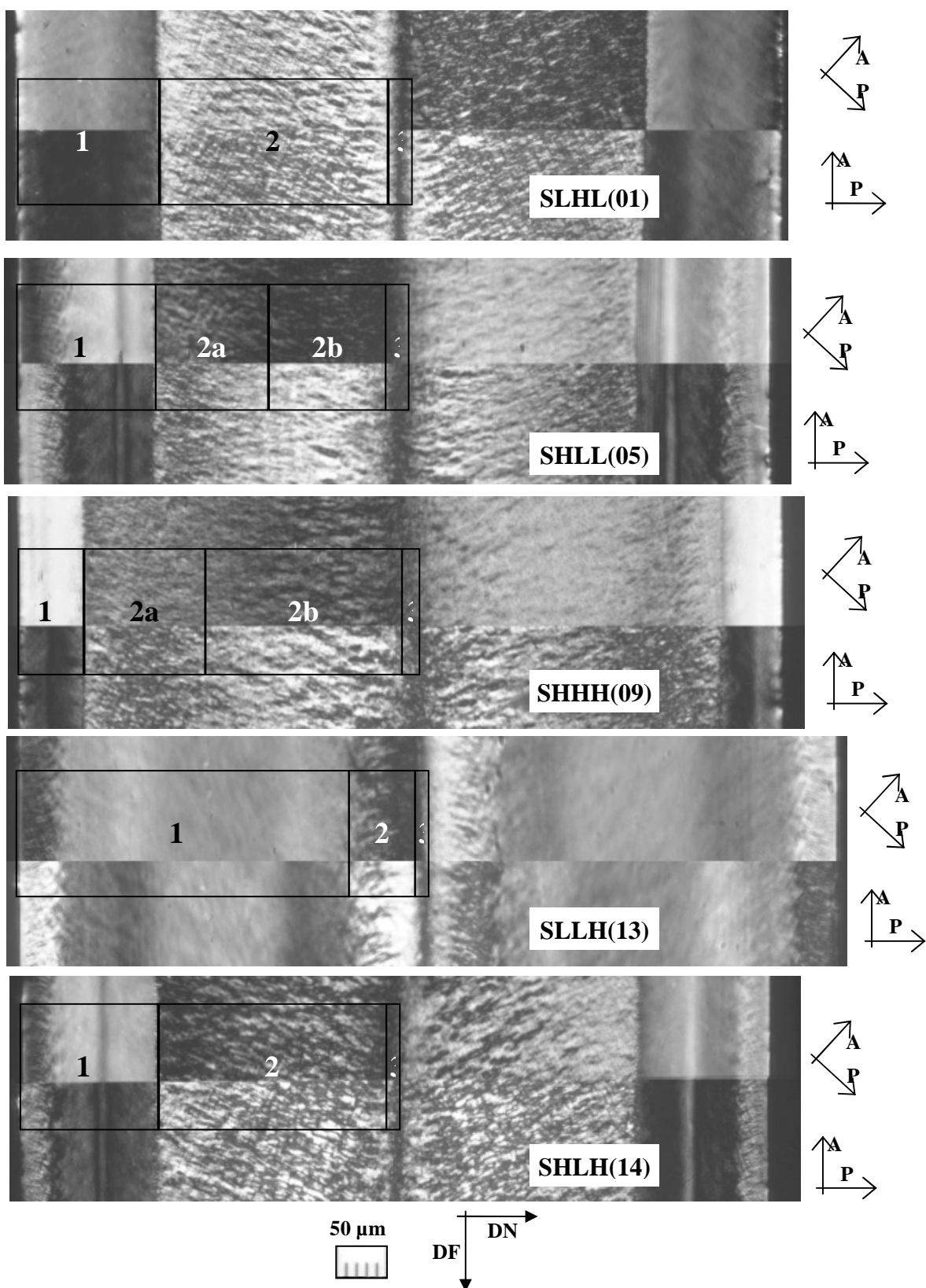


figura 8.14. Distribuição estrutural esquemática sobreposta a micrografias (magnificação de 25x.) que mostram a estrutura desde a superfície (borda esquerda) até a metade da espessura (borda direita) de cada amostra de parede fina injetada em aço. Todas as micrografias foram tomadas no centro da amostra microtomada.

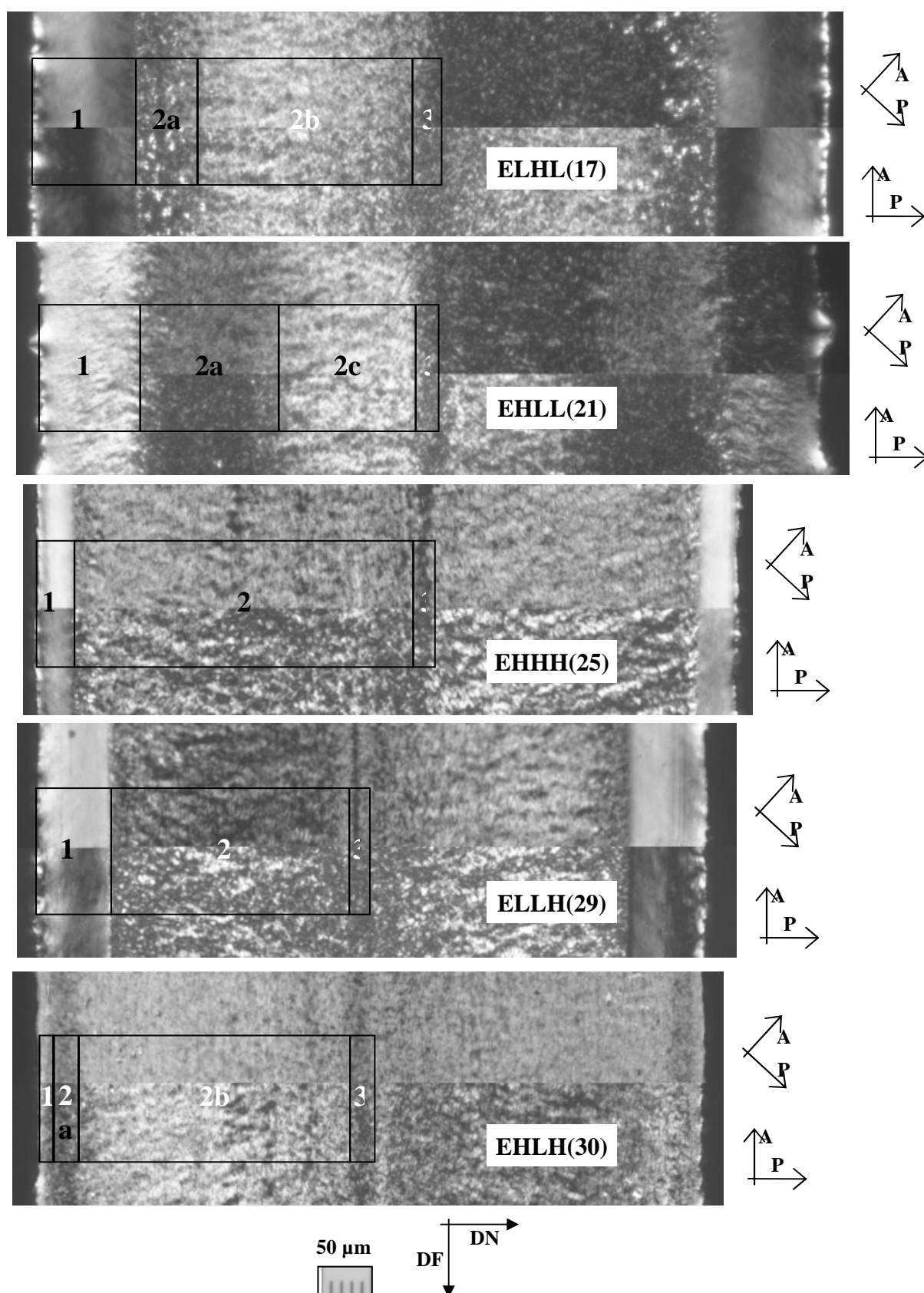


figura 8.15. Distribuição estrutural esquemática sobreposta a micrografias (magnificação de 25x.) que mostram a estrutura desde a superfície (borda esquerda) até a metade da espessura (borda direita) de cada amostra de parede fina injetada em epóxi. Todas as micrografias foram tomadas no centro da amostra microtomada, à exceção de EHLL(21), tomada da ponta mais próxima à entrada da cavidade.



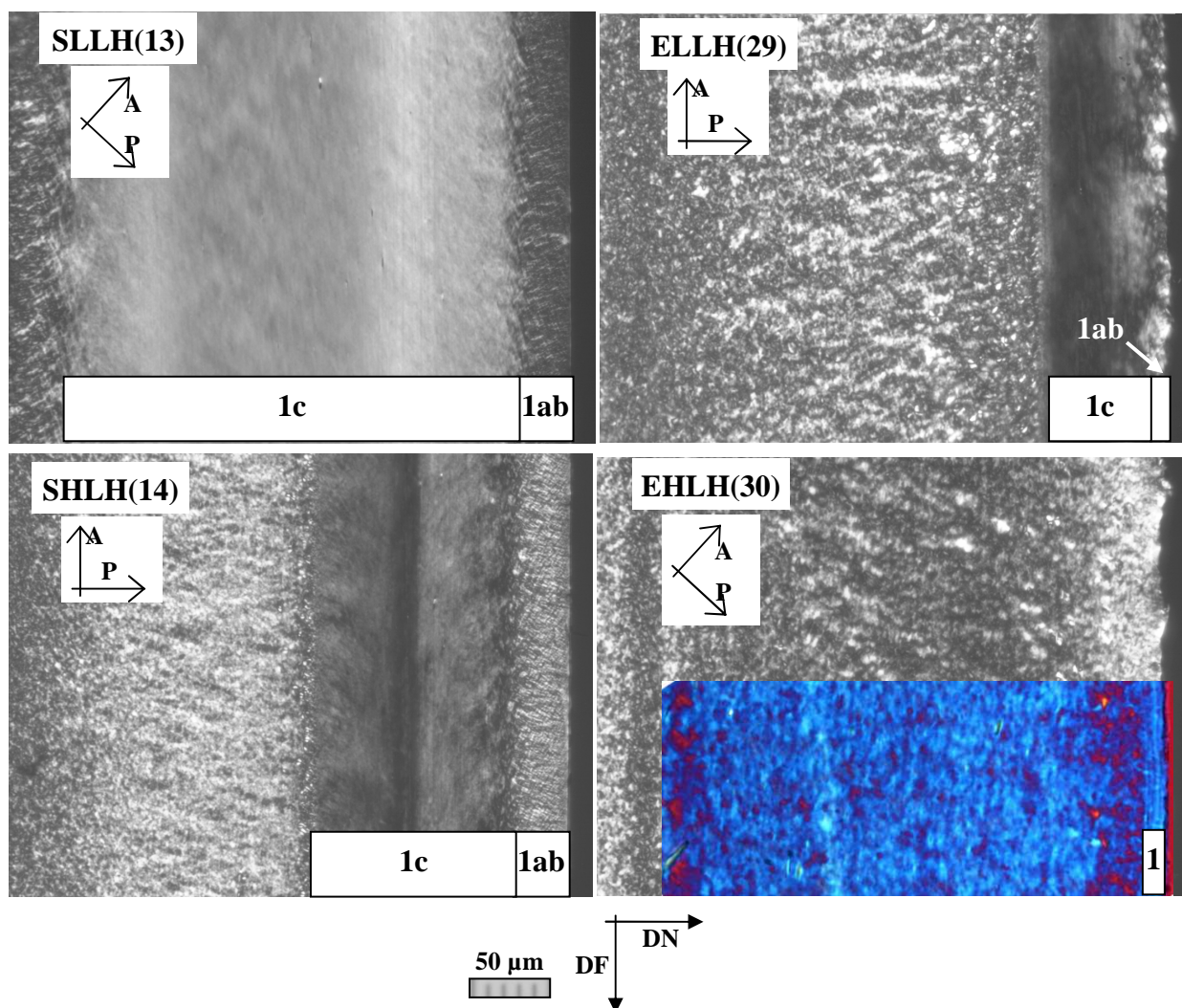


figura 8.16. Micrografias da pele das amostras injetadas sob condições HLH (14 e 30) e LLH (13 e 29). Magnificação de 50x.

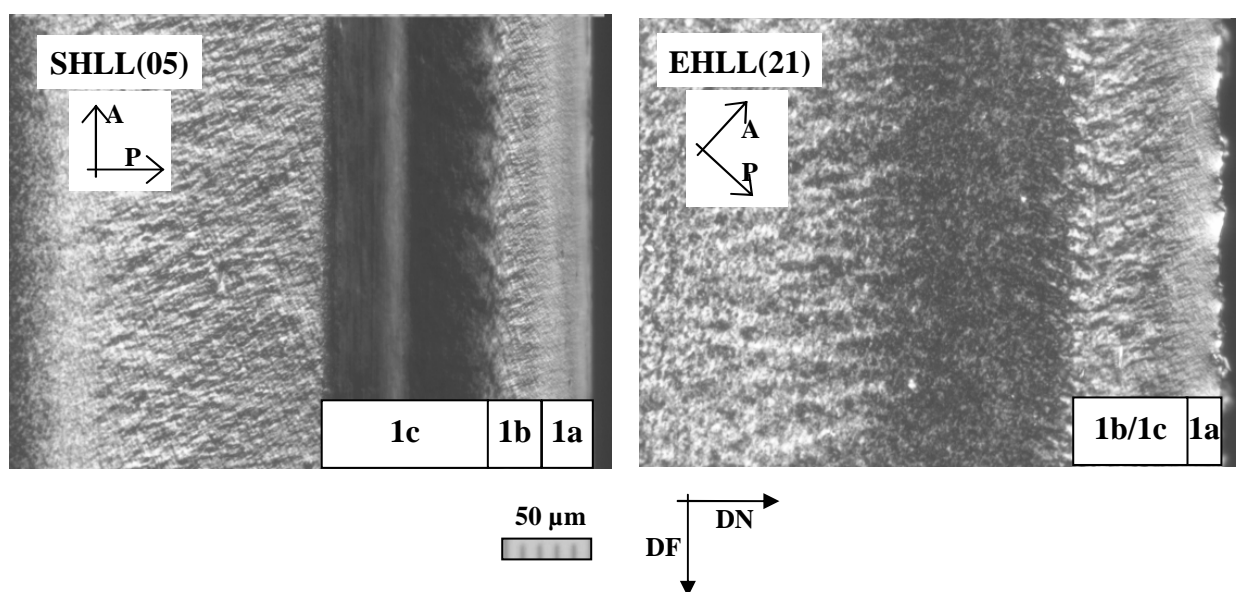


figura 8.17. Micrografias da pele das amostras injetadas sob condições HLL (05 e 21). Magnificação de 50x.



A figura 8.18 mostra que as condições experimentais que empregaram nível alto para  $V_{\text{fill}}$  produziram peças com a camada 1c bem definida e uma fina camada superficial 1a/1b. Na moldagem em aço, nota-se que a pele é mais espessa e, aparentemente, mais orientada em SLHL(01) do que em SHHH(09), graças aos efeitos da baixa  $T_{\text{melt}}$  e da baixa  $T_{\text{mold}}$ . O efeito na moldagem em epóxi segue a mesma tendência, mas em menor intensidade.

As relações processo-estrutura discutidas acima são semelhantes ao observado na moldagem de paredes espessas.

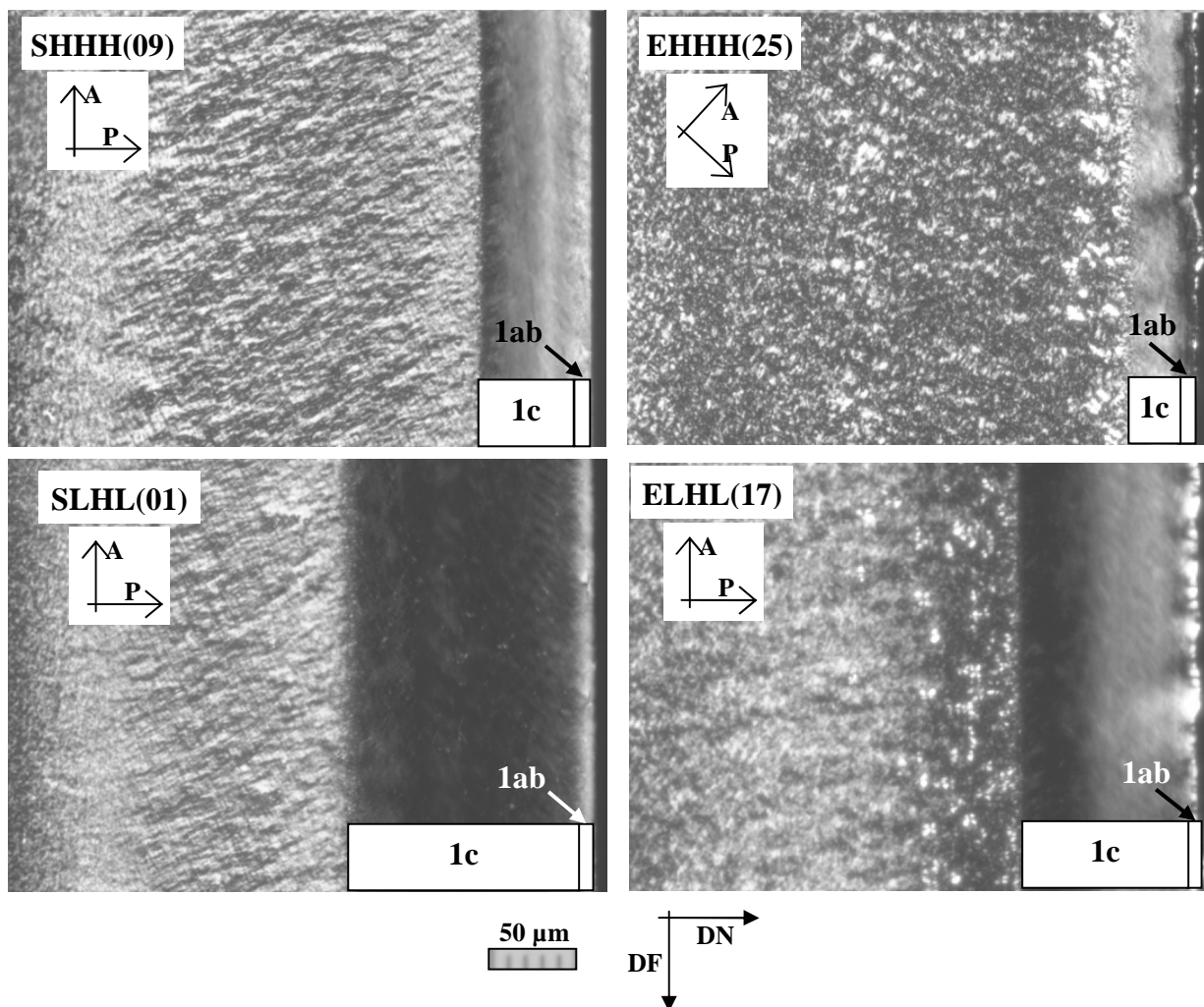


figura 8.18. Micrografias da pele das amostras injetadas sob condições HHH (09 e 25) e ELHL (01 e 17). Magnificação de 50x.

As peças injetadas sob a condição III (ponto central) mostram estruturas semelhantes, mas com maior espessura de pele no moldado em aço (ver figura 7.22). Em EIII(C2), nota-se também uma certa quantidade de  $\beta$ -esferulitos de birrefringência negativa, logo após a pele. O mesmo foi observado, e em maior intensidade, nas amostras ELHL(17) e EHHH(25).

Como se pode notar nas figuras 8.17 a 8.19, a borda das amostras injetadas em epóxi apresenta-se bem mais irregular do que as moldadas em aço. Essa característica tem origem na maior rugosidade da cavidade do molde de epóxi que, além de apresentar algumas pequenas

bolhas, não foi submetida a nenhum tipo de polimento. Cabe ressaltar que tal rugosidade aumenta a área de contato entre polímero e molde e, conseqüentemente, pode influir na transferência de calor. Contudo, acredita-se que a influência da rugosidade na formação da pele seja desprezível, ao menos nas condições específicas empregadas neste trabalho.

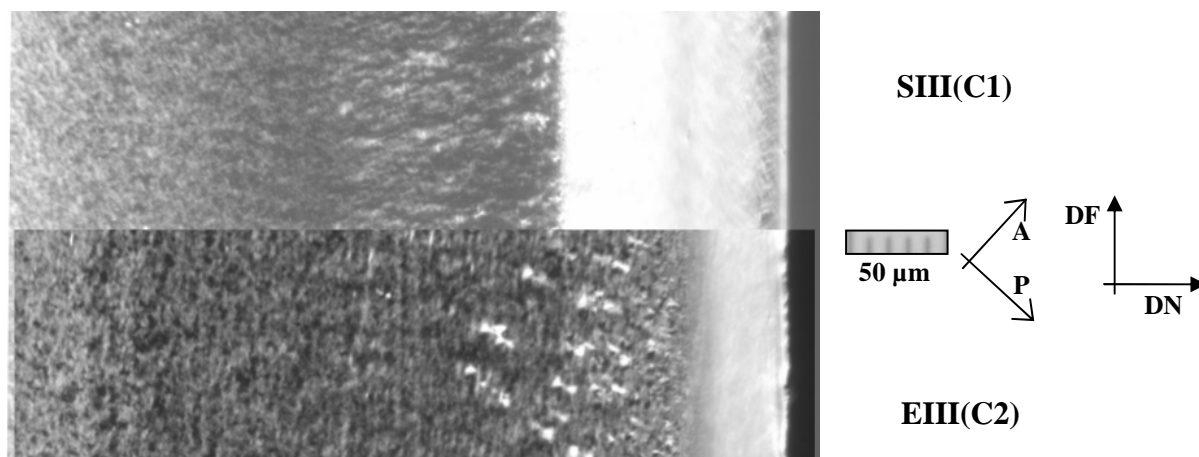


figura 8.19. Micrografias das amostras SIII(C1) e EIII(C2). Magnificação de 50x.

### Espessura da pele

Devido à já discutida variação na espessura, a pele foi medida em três pontos ao longo da direção do fluxo. Os resultados mostrados na tabela 8.5 são expressos em termos da espessura absoluta média da pele ( $\theta_s$ ) e da razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ). A espessura total ( $\theta_T$ ) foi medida diretamente pela régua impressa na lente ocular do microscópio.

tabela 8.5. Espessura média da pele ( $\theta_s$ ), razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e espessura total ( $\theta_T$ ) das amostras de parede fina.  $\theta_{s(a)}$ , (b) e (c) são as medidas da espessura da pele em três pontos ao longo da direção do fluxo.

condição experimental (código da peça)	$\theta_T$ ( $\mu\text{m}$ )	$\theta_{s(a)}$ ( $\mu\text{m}$ )	$\theta_{s(b)}$ ( $\mu\text{m}$ )	$\theta_{s(c)}$ ( $\mu\text{m}$ )	$\theta_s$ ( $\mu\text{m}$ )	$\theta_{s/T}$
SLHL (01)	760	160	150	140	<b>150</b>	<b>0,39</b>
SHLL (05)	740	195	170	140	<b>168</b>	<b>0,45</b>
SHHH (09)	740	75	70	75	<b>73</b>	<b>0,20</b>
SLLH (13)	820	330	300	310	<b>313</b>	<b>0,76</b>
SHLH (14)	730	175	160	145	<b>160</b>	<b>0,44</b>
SIII (C1)	770	125	110	110	<b>115</b>	<b>0,30</b>
ELHL (17)	760	100	90	40	<b>77</b>	<b>0,20</b>
EHL (21)	760	85	35	35	<b>52</b>	<b>0,14</b>
EH (25)	690	40	30	5	<b>25</b>	<b>0,07</b>
ELLH (29)	640	60	80	40	<b>60</b>	<b>0,17</b>
EHLH (30)	640	8	16	0	<b>8</b>	<b>0,02</b>
III (C2)	720	75	40	20	<b>45</b>	<b>0,12</b>

A figura 8.20 compara graficamente os valores de  $\theta_{s/T}$  entre as moldagens em aço e epóxi. Assim como no caso das peças de paredes espessas, o processamento em moldes VRE gerou peles com menor espessura nas peças de paredes finas. Enquanto nas peças espessas a pele dos moldados em aço foi, em média, duas vezes maior do que nos moldados em epóxi, nas peças de paredes finas a proporção média foi superior a 3:1.

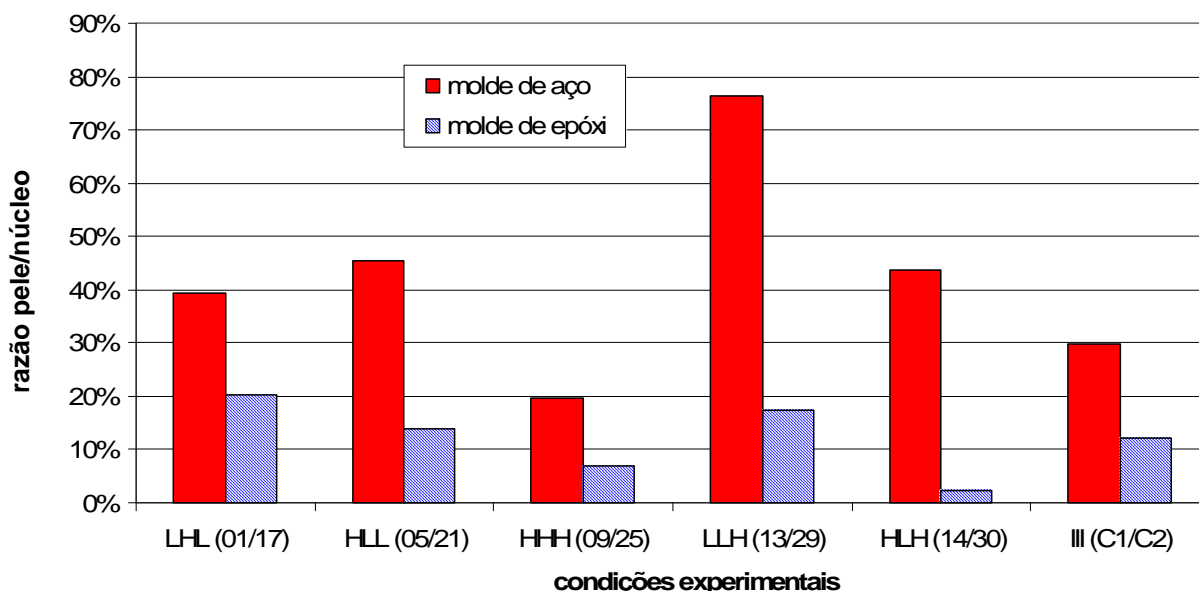


figura 8.20. Comparação da razão pele/núcleo de peças de parede fina injetadas em moldes de aço e epóxi. Os valores são expressos pelo percentual da espessura formado pela pele (razão pele/núcleo x 100).

A figura 8.20 também salienta a menor sensibilidade de  $\theta_{s/T}$  aos parâmetros de processo na moldagem em epóxi, o que se comprova com a comparação das magnitudes dos efeitos nos gráficos da figura 8.21.

Na moldagem em aço, observa-se que a diminuição de  $V_{\text{fill}}$  e de  $T_{\text{melt}}$  provocam os maiores aumentos na espessura da pele. Embora a magnitude do efeito de  $V_{\text{fill}}$  tenha sido um pouco menor<sup>1</sup>, esses resultados seguem a mesma tendência verificada na moldagem de paredes espessas. A diferença é a inversão do efeito de  $T_{\text{mold}}$ . Contudo, dada a pequena magnitude do efeito e o fato de estar confundido com o efeito da interação  $V_{\text{fill}}-T_{\text{melt}}$ , é possível que a influência de  $T_{\text{mold}}$  seja desprezível. De fato, a análise das micrografias havia revelado que  $T_{\text{mold}}$  afetou a espessura da camada 1a, mas não a espessura total da camada 1 (pele).

A influência dos parâmetros de injeção na espessura da pele das peças injetadas em epóxi foi menor nas peças finas do que nas espessas. A principal influência no aumento da espessura da pele das peças finas injetadas em epóxi é a diminuição de  $T_{\text{melt}}$  (magnitude 20%

<sup>1</sup> Na moldagem de peças de parede espessa, uso-se  $t_{\text{fill}}$  como fator ao invés de  $V_{\text{fill}}$ . Logo, o efeito tem sinal contrário, mas, na prática, trata-se do mesmo fator  $V_{\text{fill}}$ .

inferior à verificada na moldagem de peças espessas), seguida de  $T_{\text{mold}}$  (praticamente igual à verificada na moldagem de peças espessas). O efeito preponderante de  $V_{\text{fill}}$  na espessura da pele das peças de paredes espessas foi reduzido a níveis pouco significativos na moldagem de paredes finas. Esse resultado inesperado pode ser relacionado à baixa velocidade de escoamento da frente de fluxo informada pela simulação, que, conforme discutido anteriormente, é de uma ordem de grandeza inferior à verificada para a moldagem em aço. O fato de apenas uma condição experimental ter combinado baixa  $T_{\text{melt}}$  com alta  $V_{\text{fill}}$  também poderia explicar parte da diminuição do efeito, em ambos os moldes. De todo modo, a menor influência de  $V_{\text{fill}}$  na formação da pele já havia sido observada na moldagem em aço.

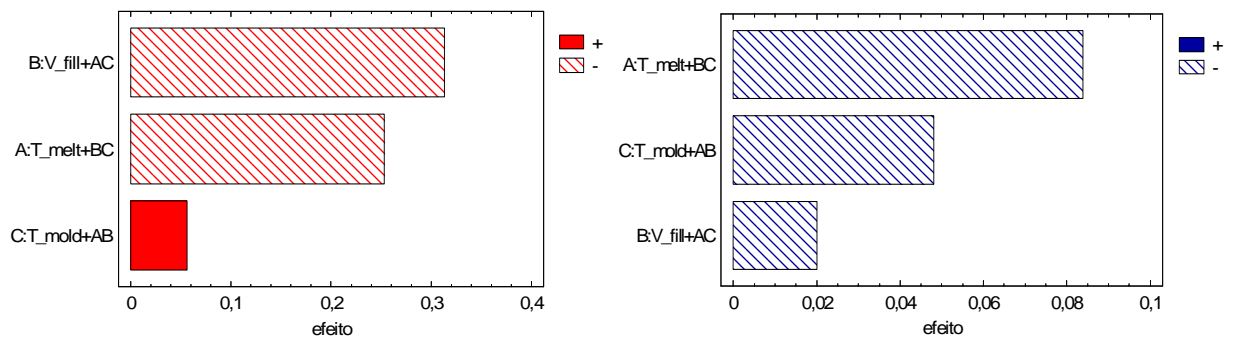


figura 8.21. Gráficos de Pareto para os efeitos dos fatores sobre a razão pele/núcleo ( $\theta_{S/T}$ ) das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi. Experimento fatorial fracionado  $2^{3-1}$ .

A análise de variância (tabela 8.6) considerou o erro de medição da espessura da pele, estimado em 10  $\mu\text{m}$  como “sigma externo”, ou seja, o desvio padrão do erro experimental. Do contrário, a pequena amostragem não apontaria significado estatístico para nenhum dos fatores. A ANAVA indicou que apenas  $V_{\text{fill}}$  não tem influência significativa sobre  $\theta_{S/T}$  na moldagem em epóxi, confirmando o que já havia sido verificado pela análise de microscopia.

tabela 8.6. Tabela de ANAVA para espessura da pele ( $\theta_s$ ) das peças de parede fina injetadas em aço (à esquerda) e epóxi (à direita).

moldagem em aço						moldagem em epóxi					
fonte	SQ	gl	MQ	F	P	fonte	SQ	gl	MQ	F	P
A:T_melt+BC	0,064	1	0,064	81,6	<b>0,001</b>	A:T_melt+BC	0,0070	1	0,0070	9,0	<b>0,003</b>
B:V_fill+AC	0,098	1	0,098	125,1	<b>0,001</b>	B:V_fill+AC	0,0004	1	0,0004	0,5	0,473
C:T_mold+AB	0,003	1	0,003	4,1	<b>0,040</b>	C:T_mold+AB	0,0023	1	0,0023	2,9	<b>0,086</b>
Erro	0,019	1	0,019	24,3	0,001	Erro	0,0005	1	0,0005	0,7	0,418
Sigma externo			0,0008			Sigma externo			0,0008		
Total	0,184	4				Total	0,0103	4			
R <sup>2</sup>	0,89					R <sup>2</sup>	0,95				

Assim como na moldagem de paredes espessas, não se observou correlação entre razão pele/núcleo e os índices termomecânicos  $Y_c$  e  $\tau_{Y_s}$  na moldagem de peças finas em aço (figura

8.22). Contudo, para as peças finas injetadas em epóxi, as correlações foram melhores (figura 8.23), em concordância com as observações de VIANA *et al.* (2002).

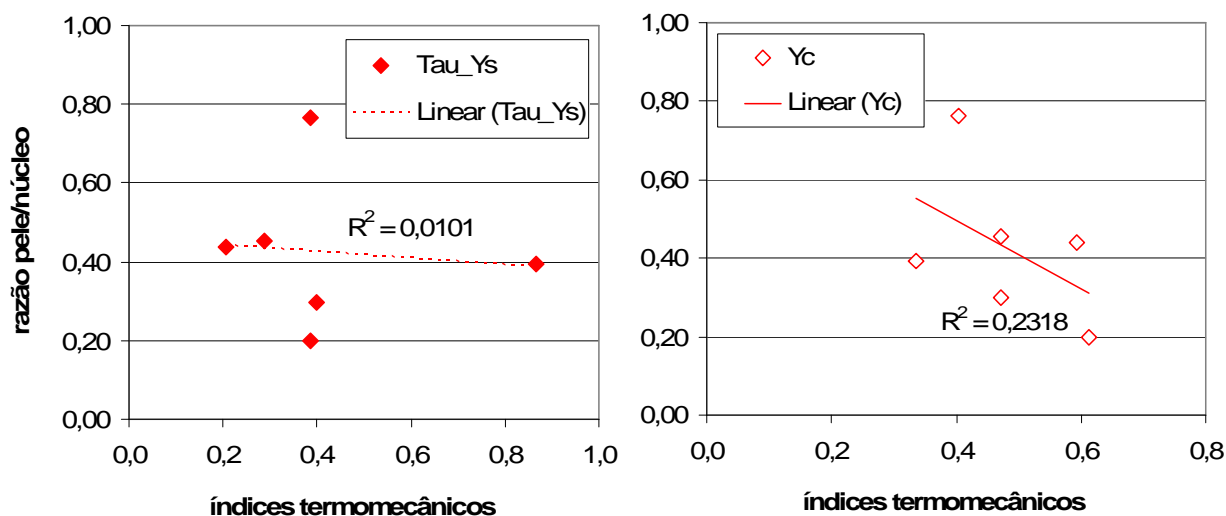


figura 8.22. Correlação entre a razão pele/núcleo  $\theta_{s/T}$  e os índices térmico ( $Y_c$ ) e termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) das peças de parede fina injetadas em molde de aço.

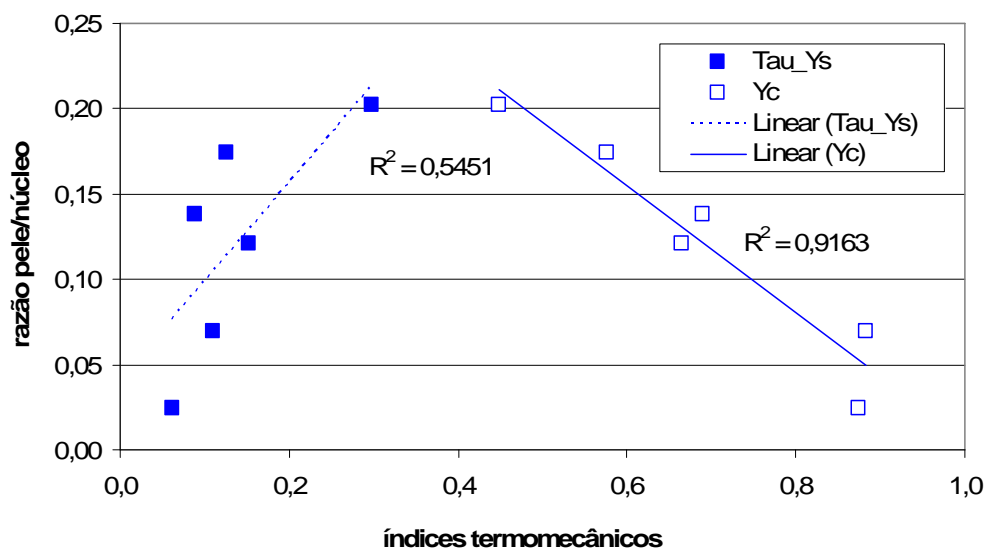


figura 8.23. Correlação entre a razão pele/núcleo  $\theta_{s/T}$  e os índices térmico ( $Y_c$ ) e termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) das peças de parede fina injetadas em molde VRE.

A figura 8.24 compara a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) observada no microscópio com o percentual de espessura solidificada fornecido pelo Moldflow para o tempo equivalente ao final do preenchimento ( $\theta_{fl}$ ). A correlação linear é bem ajustada para a moldagem em epóxi, embora o *software* superestime as previsões. No caso da moldagem em aço, a correlação é apenas razoável, especialmente pelo desvio da amostra SLLH(13). Porém, a cavidade de aço não foi completamente preenchida justamente para essa condição experimental, contrário senso à simulação no Moldflow.

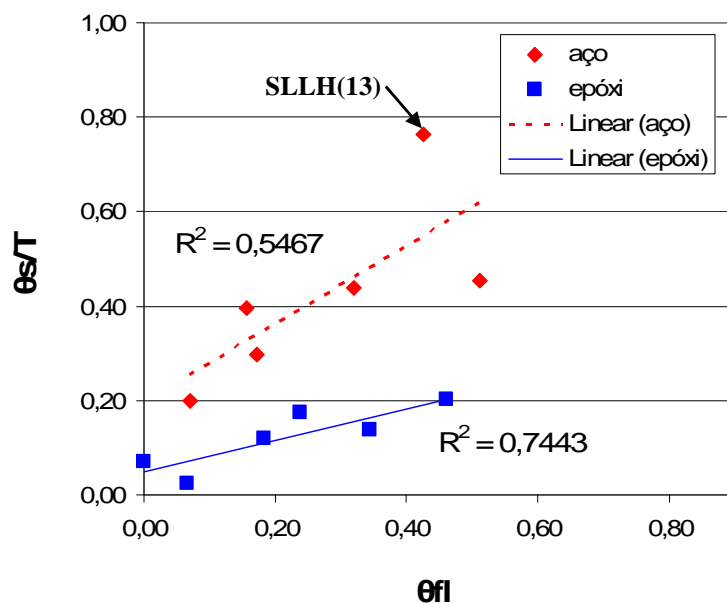


figura 8.24. Correlação entre a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e o percentual de espessura solidificada ao final do preenchimento obtido via simulação ( $\theta_{fi}$ ) para as peças de parede fina injetadas em moldes de aço e molde VRE.

As relações entre densidade e espessura da pele são mostradas na figura 8.25. A correlação das variáveis é muito boa para a moldagem em epóxi, observando-se o aumento linear da densidade com a redução de  $\theta_{s/T}$ . No entanto, essa relação se explica pela dependência que ambas as variáveis têm da temperatura do molde. Por outro lado, a mesma relação não se observa na moldagem em aço, uma vez que SHLH(14) e, principalmente, SLLH(13) desviam-se do modelo de regressão. Como SLLH(13) possui 76% de pele em sua espessura, supõe-se que a cristalinidade dessa região seja maior do que a cristalinidade do núcleo das amostras processadas sob as demais condições experimentais.

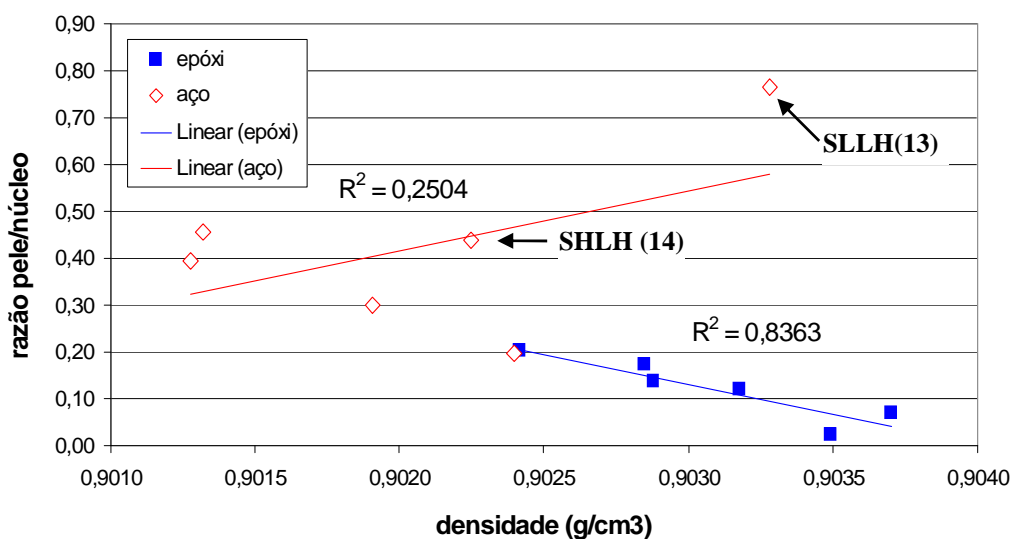


figura 8.25. Correlação entre a razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ) e a densidade das peças de parede fina injetadas em moldes de aço e VRE.

As espessuras absolutas das peças de paredes espessas e finas são comparadas na figura 8.26. O gráfico elenca as condições experimentais comuns à moldagem dos dois tipos de peça, desconsiderando-se o nível de  $P_{hold}$  das peças espessas. Ao contrário de LINDNER (2002), que presuppõe uma relação diretamente proporcional entre a espessura da pele e a espessura total da peça injetada em molde VRE, o gráfico mostra que essas duas variáveis não se correlacionam, nem na moldagem em epóxi, nem na moldagem em aço. Pelo contrário, para a maioria das condições experimentais a espessura da pele nas peças finas é muito semelhante à das espessas.

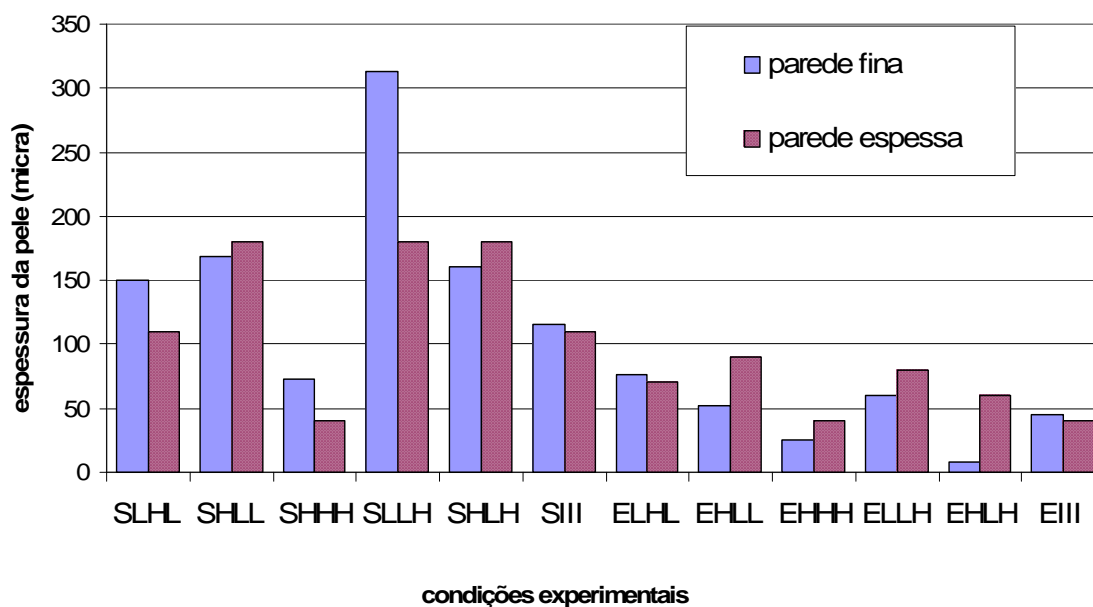


figura 8.26. Comparação da espessura absoluta da pele ( $\theta_s$ ) entre peças de parede fina e espessa.

#### 8.4.2 Resultados dos ensaios de difração de raios-X (WAXD)

Em função dos resultados da microscopia, selecionou-se algumas amostras para determinação de parâmetros de caracterização estrutural via WAXD. Após o ensaio de WAXD da zona superficial (zona I), as amostras foram polidas para exposição de uma região intermediária entre pele e núcleo (zona II). Não houve polimento das amostras com extremos de espessura, SLLH(13) ( $\theta_{s/T} = 0,76$ ) e EHLH(30) ( $\theta_{s/T} = 0,02$ ). Os resultados são mostrados na tabela 8.7, subdividida por amostra e profundidade da superfície ensaiada em relação à superfície original do moldado. A penetração dos raios-x foi experimentalmente estimada em torno de 500  $\mu\text{m}$ .

tabela 8.7. Parâmetros de caracterização estrutural obtidos por WAXD para três zonas através da espessura das peças de paredes finas injetadas em moldes de aço e VRE: I-superfície, II- abaixo da pele, III – centro.  $\chi$ : índice de cristalinidade;  $\chi_\beta$ : percentual de fase  $\beta$ ;  $A_{110}$  e  $A_{130}$ : índices de orientação;  $\Omega$ : média  $A_{110}$  e  $A_{130}$ ;  $Ca$ : índice de orientação bimodal;. Parâmetros operacionais do ensaio constam da tabela 6.12, grupo B.

amostra	$\theta_s$ ( $\mu\text{m}$ )	profundidade ( $\mu\text{m}$ )		$\chi$	$\chi_\beta$	$A_{110}$	$A_{130}$	$\Omega$	$Ca$
SLHL(01)	150	zona I	0	64,6%	4,8%	0,95	0,92	0,94	0,56
SHHH(09)	73	zona II	240	61,9%	1,4%	0,50	0,41	0,46	0,81
		zona I	0	62,8%	4,8%	0,82	0,74	0,78	0,63
SLLHL(13)	313	zona I	0	65,0%	1,2%	0,92	0,89	0,90	0,54
ELHL(17)	77	zona II	220	56,7%	1,9%	0,44	0,40	0,42	0,80
		zona I	0	64,0%	7,2%	0,81	0,68	0,74	0,60
EHHL(25)	25	zona I	0	63,4%	4,6%	0,62	0,53	0,57	0,81
ELLH(29)	60	zona II	110	60,6%	1,9%	0,45	0,41	0,43	0,86
		zona I	0	64,0%	2,2%	0,75	0,63	0,69	0,67
EHLHL(30)	8	zona I	0	62,6%	1,5%	0,46	0,39	0,42	0,84

### Orientação molecular na direção do fluxo

O índice de orientação  $\Omega$  da zona I nas amostras SLHL(01), SLLH(13) e SHHH(09), todas injetadas em aço, varia de 0,78 e 0,94, indicando que a pele das peças de parede fina é sensivelmente mais orientada do que as observadas na moldagem de parede espessa. As peças injetadas em epóxi tem índice de orientação menor, mas ainda assim superiores às peças de paredes espessas injetadas sob condições semelhantes (valor de  $P_{\text{hold}}$  a parte). Contudo, diferentemente do estudo sobre a moldagem de peças espessas, não se conseguiu estabelecer uma relação clara entre o índice  $\Omega$  e o nível de birrefringência observado em microscópio. O índices  $\Omega$  da zona II (não mostrada no gráfico), ficaram em torno de 0,45, pouco acima do que se encontrou nas peças de paredes espessas.

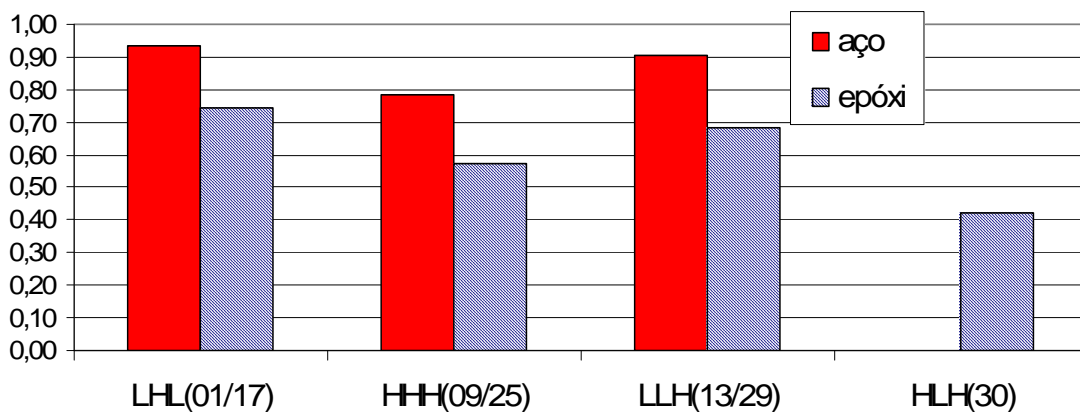


figura 8.27. Índices de orientação  $\Omega$  obtidos por WAXD para a zona I das amostras de paredes finas injetadas em moldes de aço e epóxi.



A figura 8.28 mostra que o índice de orientação molecular da zona I cai com o aumento do índice térmico ( $Y_c$ ), pois a relaxação molecular é favorecida sob maiores níveis térmicos. Como mostrado pela figura 8.24, as correlações entre  $\Omega$  e  $\tau_{Ys}$  são bem mais fracas, para ambos os moldes. Contudo, quando considerada a amostragem total, percebe-se que há uma tendência não linear de aumento da orientação molecular com o aumento do índice termomecânico da pele. Ao contrário do observado na moldagem de paredes espessas, a correlação entre  $\Omega$  e a tensão de cisalhamento máxima ( $\tau_w$ ) não foi boa. Deve-se fazer a ressalva de que a amostragem é pequena e tanto  $\Omega$  como  $\tau_w$  e  $\tau_{Ys}$  variaram relativamente pouco nas três peças injetadas em aço selecionadas para o ensaio.

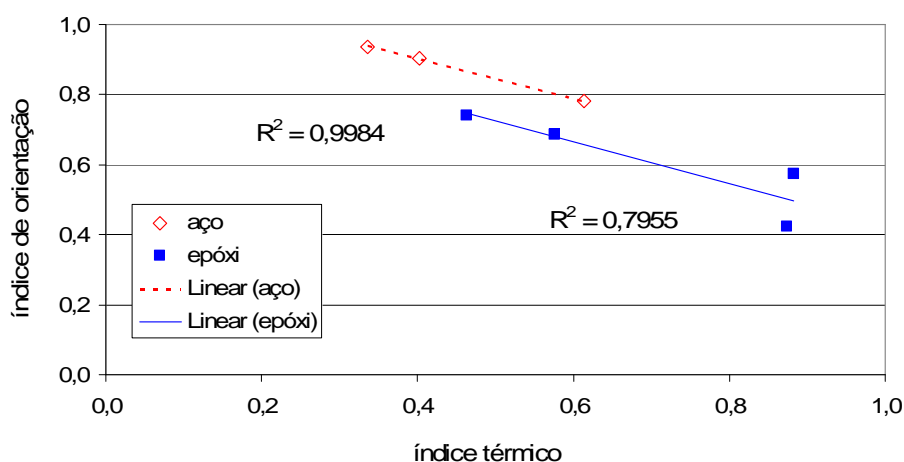


figura 8.28. Correlação entre o índice térmico ( $Y_c$ ) e o índice de orientação  $\Omega$  da zona I das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi.

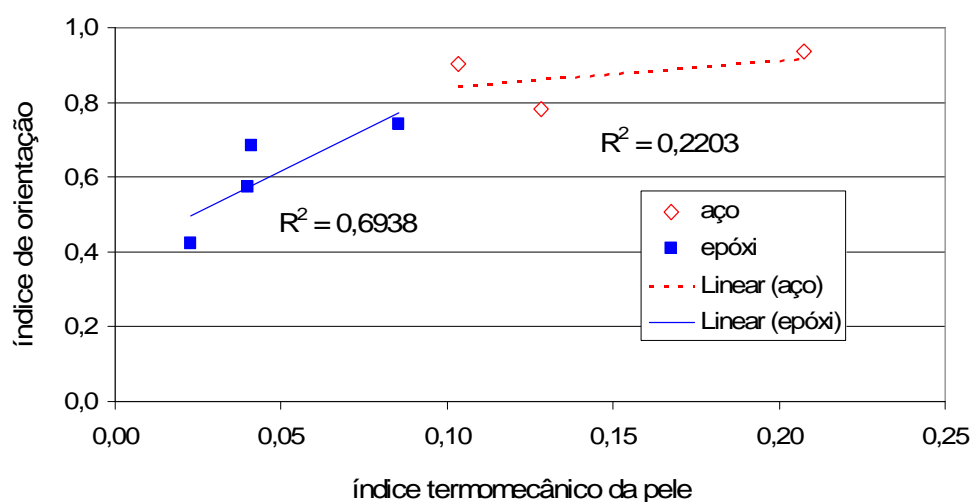


figura 8.29. Correlação entre o índice de orientação  $\Omega$  e o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi.

### Orientação cristalográfica bimodal na direção do fluxo

A figura 8.30 mostra que os índices de orientação bimodal ( $C_u$ ) da zona I das peças injetadas em epóxi são maiores do que nas peças injetadas em aço. A menor proporção de

orientação o eixo cristalográfico  $a^*$  na direção do fluxo na moldagem em aço confirma a maior orientação molecular indicada por  $\Omega$ .

A análise dos dois índices também mostra a baixa orientação da amostra EHLH(30), conforme sugerido pela reduzida birrefringência e mínima espessura de pele observadas ao microscópio. O valor alto de  $C_\alpha$  nessa amostra, assim como em geral nas injetadas em epóxi, reflete a maior extensão da cristalização secundária (FUJIYAMA *et al.*, 1988; ZIPPER *et al.* 1996), processo favorecido pela manutenção do material aquecido, na região da pele, durante mais tempo do que nas peças injetadas em aço.

Comparando-se o processamento de peças finas e espessas, percebe-se que o índice  $C_\alpha$  teve variação desproporcional à do índice  $\Omega$ . Enquanto  $\Omega$  indica maior orientação molecular nas peças de paredes finas,  $C_\alpha$  é menor apenas para as peças finas ELHL(17) e SLLH(13). Em tese, esse resultado aponta que a cristalização secundária na região da pele foi independente da variação do nível de orientação molecular provocado pela redução da espessura da cavidade. De fato, a comparação dos índices termomecânicos determinados para a moldagem de peças finas e espessas (seção 8.2) mostrou que  $Y_c$  é muito semelhante nos dois casos, enquanto os valores de  $\tau_w$  são muito maiores no processamento de paredes finas, especialmente nas peças moldadas em aço.

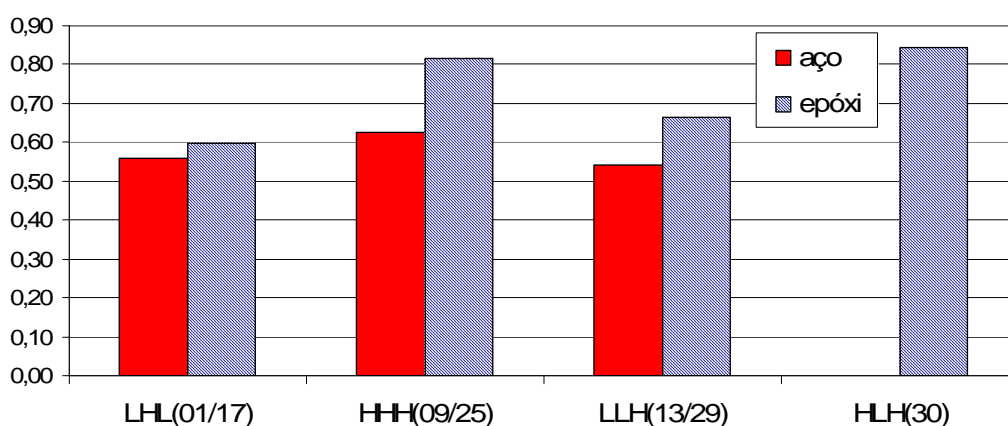


figura 8.30. Índice de orientação bimodal  $C_\alpha$  obtido por WAXD para a zona I das amostras de paredes finas injetadas em moldes de aço e epóxi.

Como mostrado pela figura 8.31, a pequena amostragem não permite identificar a mesma relação entre  $C_\alpha$  e  $T_{melt}$  observada na moldagem de peças espessas. Por outro lado, nota-se boa correlação de  $C_\alpha$  com os índices termomecânicos, em conformidade com os resultados de VIANA *et al.* (2002). A figura 8.32 mostra que  $C_\alpha$  aumenta linearmente com  $Y_c$ , enquanto a figura 8.33 revela a redução linear de  $C_\alpha$  com  $\tau_{Ys}$ .

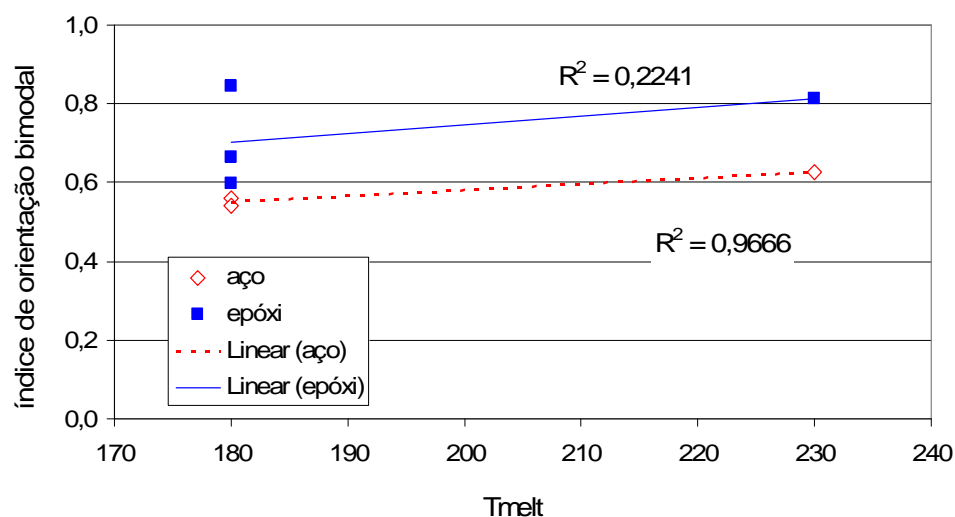


figura 8.31. Relações do índice de orientação bimodal  $C_\alpha$  da zona I com a temperatura de injeção ( $T_{melt}$ ). O coeficiente  $R^2$  representa o ajuste dos dados ao modelo da correlação das variáveis.

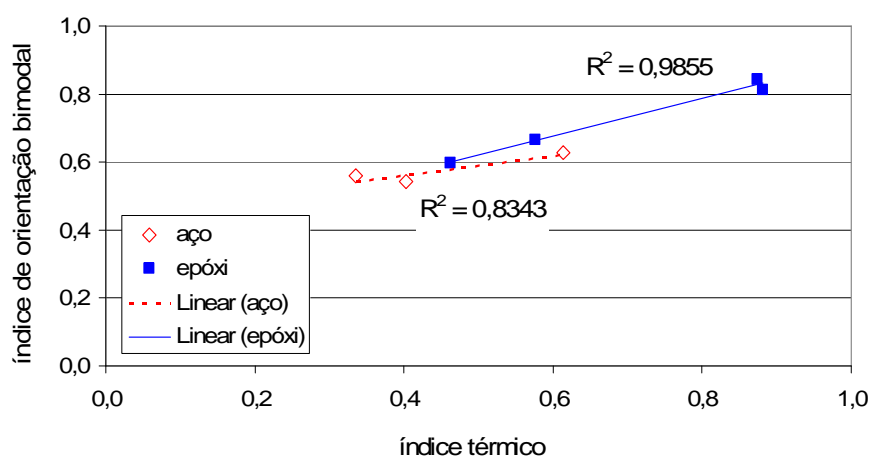


figura 8.32. Correlação entre o índice térmico ( $Y_c$ ) e o índice de orientação bimodal  $C_\alpha$  da zona I das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi.

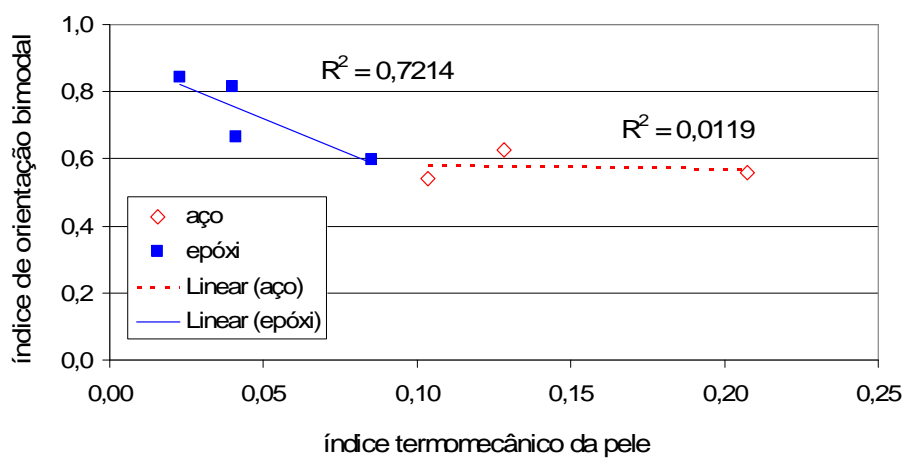


figura 8.33. Correlação entre o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) e o índice de orientação bimodal  $C_\alpha$  das peças de parede fina injetadas em aço e epóxi.

## Índice de cristalinidade

O índice de cristalinidade das peças de paredes finas é praticamente igual nos moldados em aço e epóxi. Assim como na moldagem de paredes espessas, o índice de cristalinidade  $\chi$  das peças injetadas em epóxi é maior na zona I do que na II, ao menos nas duas condições experimentais onde as duas zonas foram ensaiadas, como mostra a figura 8.34. Na única peça injetada em aço em que as duas zonas foram ensaiadas, os índices foram praticamente iguais. Visto que a orientação molecular é sensivelmente mais alta do que nas peças espessas, não surpreende que a cristalinidade da pele seja realmente igual ou maior do que a do núcleo.

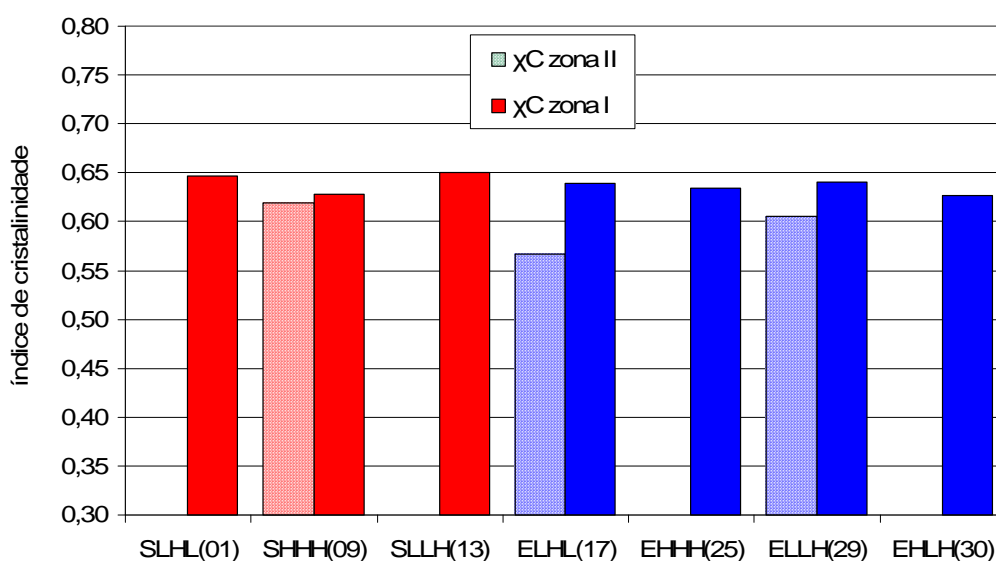


figura 8.34. Índice de cristalinidade  $\chi$  obtido por WAXD para as zonas I e II das peças de paredes finas injetadas em aço e epóxi.

Como no caso das peças espessas, não há correspondência entre  $\chi$  e a densidade média obtida na coluna de gradiente. Não há evidências de que a pequena diferença entre resultados de densidade e índice de cristalinidade tenha origem na orientação/compactação da fase amorfa, sendo mais provável que esteja relacionado ao erro experimental intrínseco às respectivas técnicas. Como o índice térmico  $Y_c$  se correlacionou bem melhor com a densidade do que com os índices de cristalinidade  $\chi$ , presume-se que o método de cálculo de áreas  $A_c$  e  $A_h$  (picos cristalinos e halo amorfo) a partir dos difratogramas tenha sido mais propenso ao erro. Agrega-se a isso, a sobreposição dos efeitos da orientação molecular da pele sobre a reflexão dos picos cristalinos, que pode alterar significativamente a área dos mesmos.

## Índice de fase $\beta$

O maior conteúdo de fase  $\beta$  foi gerado pela condição experimental que combinou  $T_{melt}$  baixa e alta  $V_{fill}$ , LHL (01 e 17), embora a peça SHHH(09) também tenha um índice  $\chi_\beta$  relativamente alto, como mostra a figura 8.35. A figura 8.36 mostra a relação de  $\chi_\beta$  com a tensão

máxima de cisalhamento  $\tau_w$ . simulada ultrapassou 0,1 MPa no elemento correspondente à região ensaiada por WAXD. O percentual de fase  $\beta$  no núcleo é desprezível em todas as amostras. Esses resultados têm as mesmas tendências verificadas na moldagem de peças espessas.

A figura 8.36 mostra que  $\chi_\beta$  superou 4% para todas as amostras em que a tensão de cisalhamento simulada foi maior do que 0,1 MPa, semelhantemente ao ocorrido na moldagem de paredes espessas. A única exceção foi para a amostra SLLH(13), cujo percentual de fase  $\beta$  é insignificante, apesar do alto valor de  $\tau_w$ . Contudo, já se comentou sobre as discrepâncias entre simulação e moldagem especificamente ocorridas para essa condição experimental.

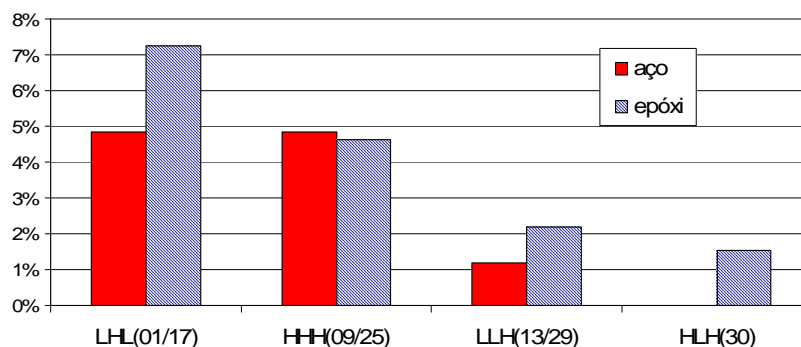


figura 8.35. Índice de fase  $\beta$ -cristalina  $\chi_\beta$  obtido por WAXD para a zonas I das peças de paredes finas injetadas em aço e epóxi.

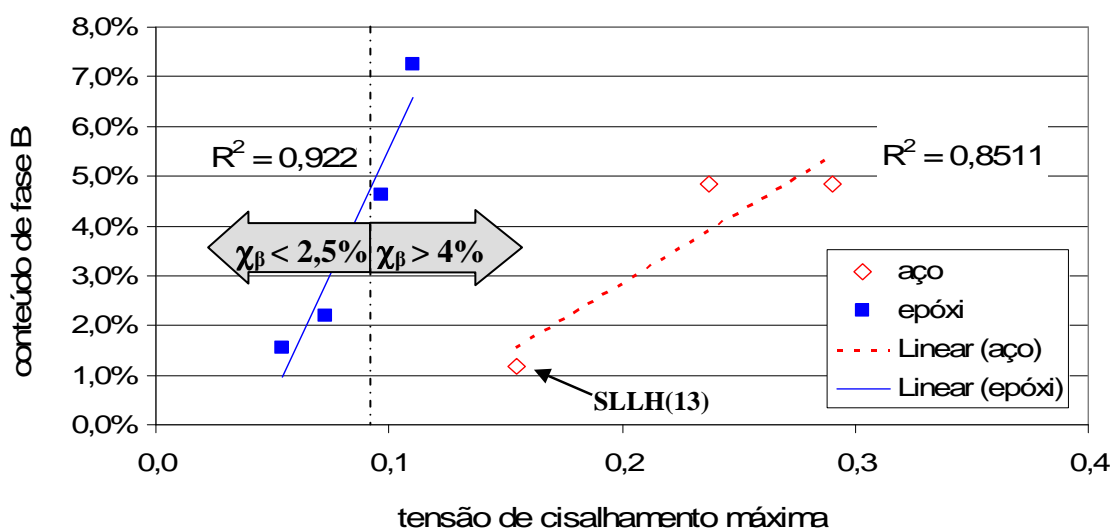


figura 8.36. Correlação do conteúdo de fase  $\beta$  e tensão máxima de cisalhamento simulada para a injeção das amostras em aço e epóxi.

#### 8.4.3 Resultados da análise termomecânica dinâmica (DTMA)

Foram submetidas ao ensaio as amostras com extremos de espessura da pele, densidade, índices de orientação molecular, além das injetadas sob condição intermediária (ponto central). Apenas amostras com espessura integral foram ensaiadas. Para auxiliar a análise dos resultados, a tabela 8.8 exibe as propriedades e índices estruturais já caracterizadas.

Os resultados quantitativos das análises são mostrados na tabela 8.9. A transição  $\alpha$  é expressa pela temperatura correspondente ao picos de  $\tan\delta$  e pela sua magnitude. Assim como no capítulo anterior, as magnitudes foram corrigidas pela subtração de uma linha base paralela ao eixo X, conforme procedimento adotado por STERN (2005).

tabela 8.8. Amostras de paredes finas selecionadas para os ensaios de DTMA.  $Y_c$ : índice térmico;  $\tau_{Ys}$ : índice termomecânico da pele;  $\rho_{yz}$ : densidade média obtida na coluna de gradiente;  $\theta_s$ : espessura da pele;  $\theta_{s/T}$ : razão pele/núcleo; índices obtidos por WAXD: índice de cristalinidade  $\chi$ ; índice de orientação  $\Omega$ ; índice de orientação bimodal  $C_a$ .

amostra	$Y_c$	$\tau_{Ys}$	$\rho_{yz}$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\theta_s$ ( $\mu$ m)	$\theta_{s/T}$	profundidade ( $\mu$ m)		$\chi$	$\Omega$	$C_a$
SLHL(01)	0,34	0,243	0,9013	150	0,39	zona I	0	64,6%	0,94	0,56
SHHH(09)	0,61	0,136	0,9024	73	0,20	zona II	240	61,9%	0,46	0,81
						zona I	0	62,8%	0,78	0,63
SLLH(13)	0,40	0,157	0,9022	313	0,76	zona I	0	65,0%	0,90	0,54
SIII(C1)	0,47	0,141	0,9024	115	0,30	-	-	-	-	-
ELHL(17)	0,46	0,079	0,9024	77	0,20	zona II	220	56,7%	0,42	0,80
						zona I	0	64,0%	0,74	0,60
EHHH(25)	0,88	0,043	0,9037	25	0,07	zona I	0	63,4%	0,57	0,81
EHLHL(30)	0,87	0,026	0,9028	8	0,02	zona I	0	62,6%	0,42	0,84
EIII(C2)	0,67	0,062	0,9032	45	0,12	-	-	-	-	-

tabela 8.9. Resultados dos ensaios de DTMA das peças de parede fina.

condição experiental	transição $\beta$	
	$T_g$	$M_\beta$
SLHL(01)	19,4	0,060
SHHH(09)	18,5	0,053
SLLH(13)	19,1	0,051
SIII(C1)	19,1	0,058
ELHL(17)	17,6	0,060
EHHH(25)	16,6	0,060
EHLH(30)	15,8	0,055
EIII(C2)	16,2	0,062

A figura 8.37 apresenta o fator de perda ( $\tan\delta$ ) das amostras com extremos de espessura da pele injetadas em aço e em epóxi. Diferentemente do observado nas amostras de paredes espessas, a transição  $\alpha$  não apresenta um pico definido. Em todas as amostras de paredes finas, o trecho da curva após 110 °C revela um aumento acentuado antes da fusão. Não foi encontrado caso semelhante na literatura, mas sua ocorrência poderia estar relacionada à contração da amostra durante o ensaio, conforme referido por PLUTA *et al.* (2000). A causa mais provável, no entanto, é a cristalização de parte da fase amorfa, visto que a taxa de resfriamento média das

peças finas é maior do que no processamento das espessas, para as quais o mesmo fenômeno não foi observado na análise de DTMA. De todo modo, em função da dificuldade de identificação do pico da transição  $\alpha$ , preferiu-se discutir apenas a transição  $\beta$  neste capítulo.

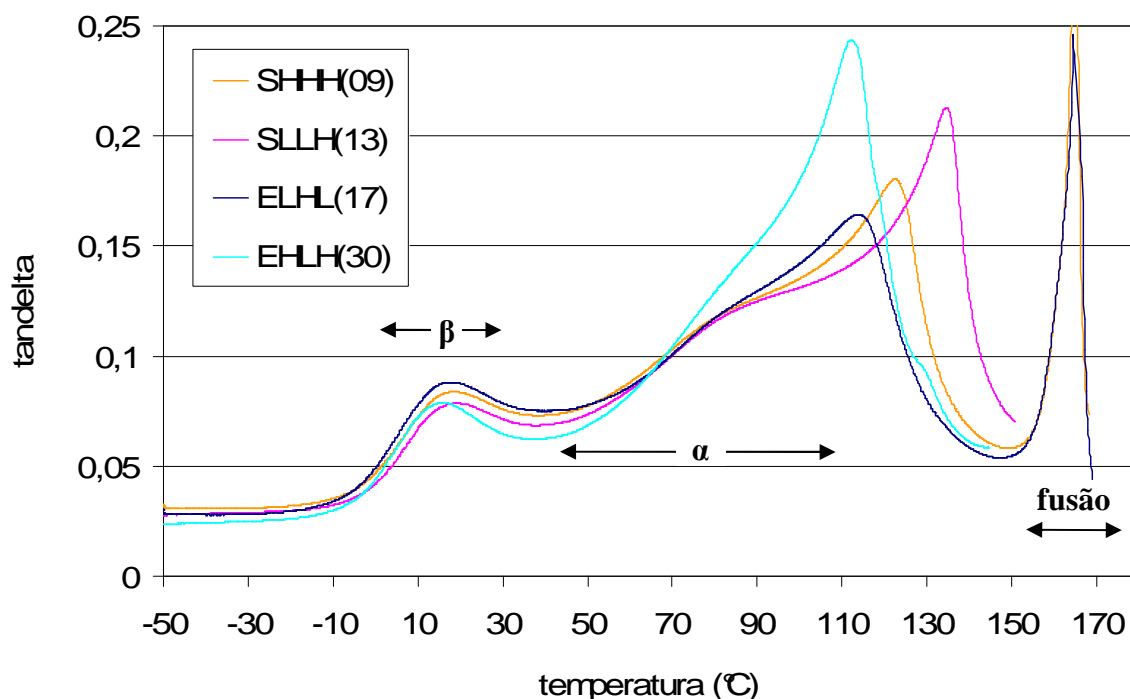


figura 8.37. Fator de perda ( $\tan \delta$ ) obtido por análise dinâmica de flexão em dois pontos para quatro amostras de paredes finas com espessura integral.

O comportamento de  $\tan \delta$  na região da transição  $\beta$  é detalhado na figura 8.38. O perfil de todas as curvas é bastante semelhante e a única diferenciação claramente visível é quanto ao pico de temperatura da transição  $\alpha$  (transição vítrea).

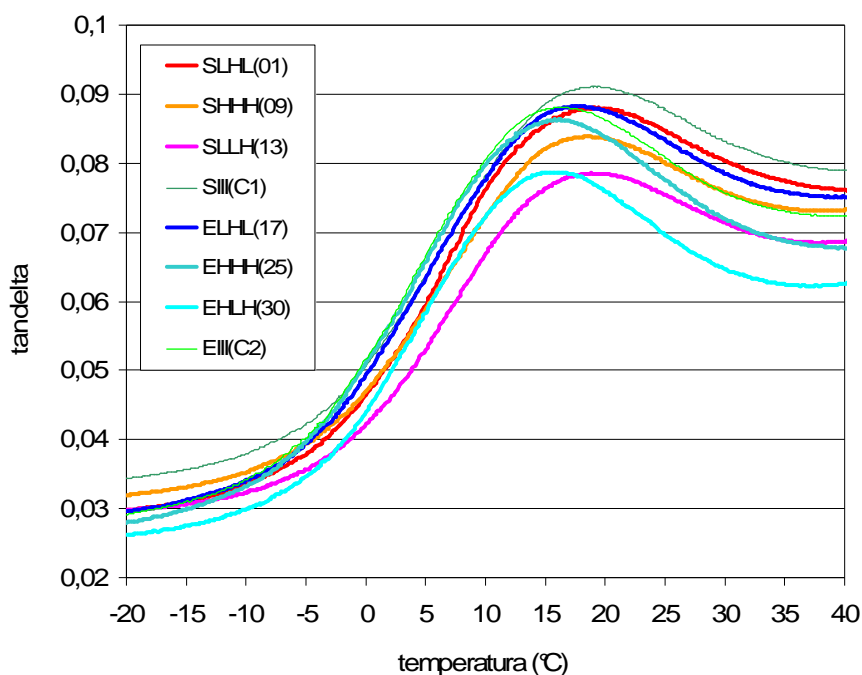


figura 8.38. Detalhamento do fator de perda ( $\tan \delta$ ) na faixa correspondente à transição  $\beta$  para as amostras de paredes finas.

Da mesma forma que nas peças de paredes espessas, a  $T_g$  é menor nas peças injetadas em epóxi. Suas relações com os índices termomecânicos, exibidas na figura 8.39, seguem as mesmas tendências discutidas no capítulo anterior. Na figura 8.40, as relações da  $T_g$  com os índices termomecânicos são decompostas segundo o tipo de molde. Em relação a  $Y_c$  *versus*  $Y_c$ , nota-se que há uma defasagem entre os modelos de regressão para cada molde. Isso sugere que o campo térmico influenciou, mas não dominou o efeito do processamento sobre a mobilidade da fase amorfa. Houve uma considerável influência da orientação molecular, como mostra o gráfico  $T_g$  *versus*  $\tau_{Ys}$ .

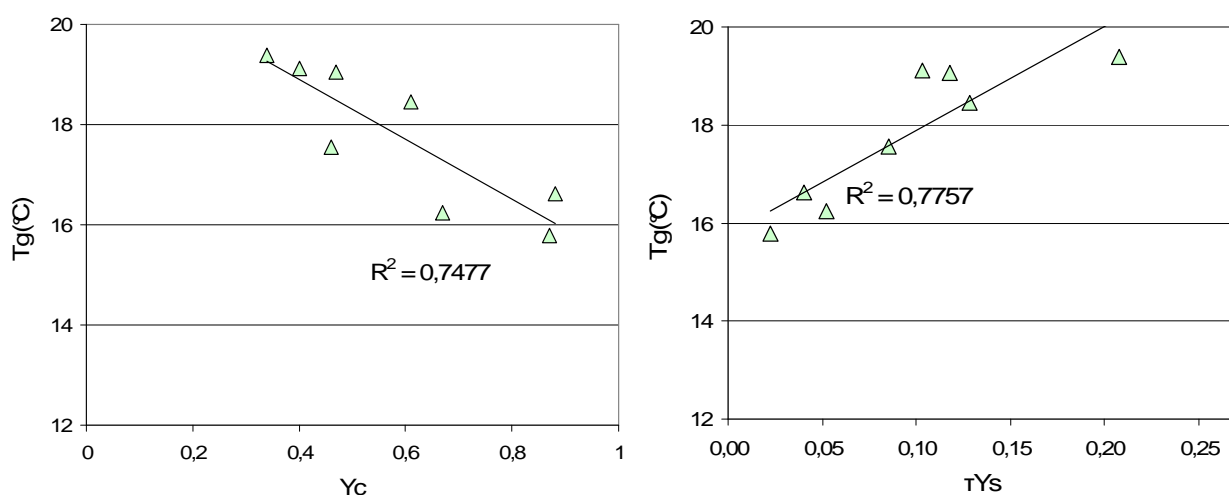


figura 8.39. Correlações da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) para amostragem total das peças de paredes finas.

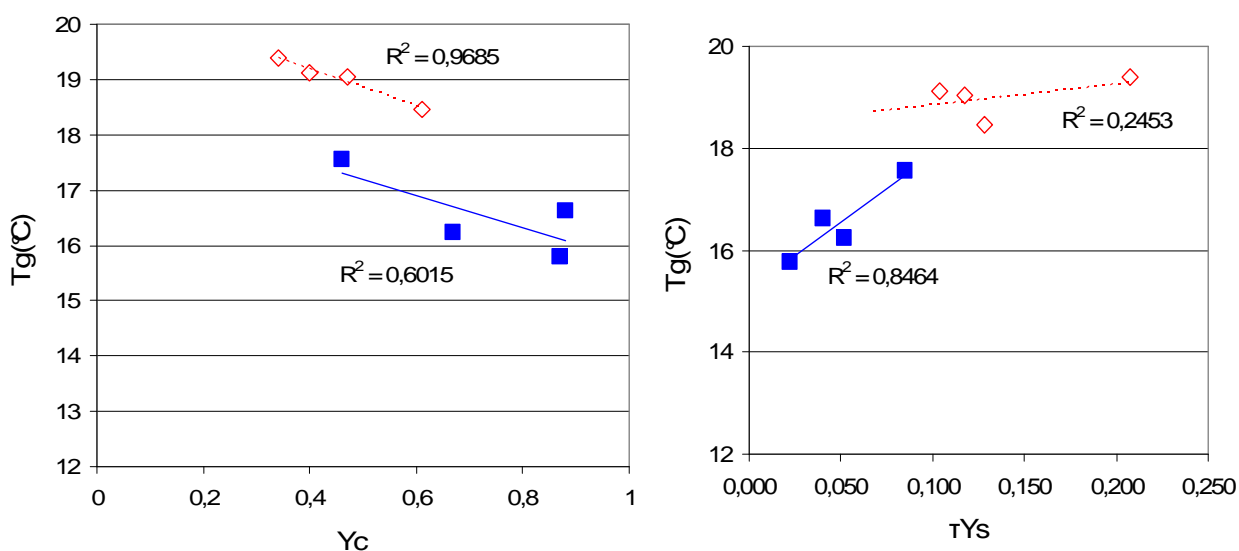


figura 8.40. Correlações da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ) e com o índice térmico ( $Y_c$ ) das peças finas injetadas em aço ( $\diamond$ ) e epóxi ( $\blacksquare$ ).

Por sua vez magnitude da transição  $\beta$  não mostrou boas correlações com os índices  $Y_c$  e  $\tau_{Ys}$ . Além disso, a variação de  $M_\beta$  é pequena em relação à grande diferença de espessura da pele



entre as amostras EHLH(30) e SLLH(13). Embora a figura 8.41 mostre uma boa correlação de  $M_\beta$  com a densidade das peças injetadas em aço, o mesmo não ocorre na moldagem em epóxi.

A informação mais importante fornecida por  $M_\beta$  está na comparação entre os valores de determinados para as peças de paredes finas e espessas. Uma vez que as peças finas mostraram menor densidade média do que as espessas, a explicação mais plausível para a menor magnitude da transição  $\beta$  nas peças finas é a influência da orientação molecular da pele. Visto que a razão pele/núcleo é, em média, cerca de quatro vezes maior nas peças finas, era esperada a maior contribuição da pele no comportamento termomecânico do material.

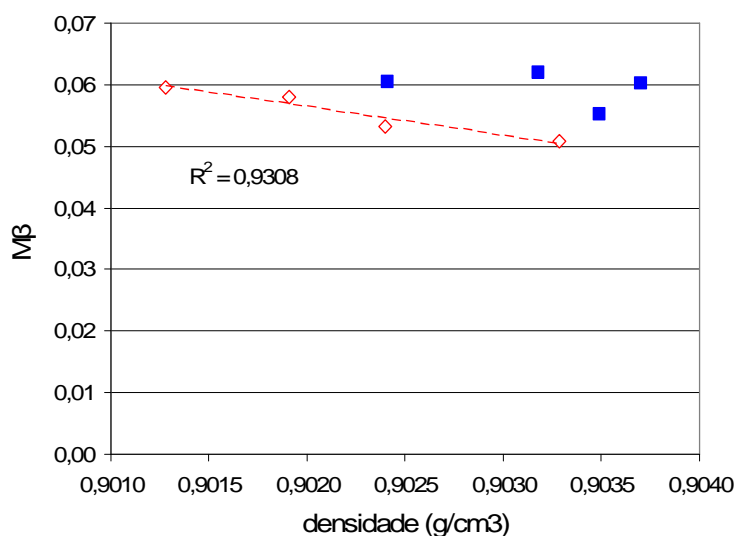


figura 8.41. Correlações da magnitude da transição  $\beta$  ( $M_\beta$ ) com a densidade das peças finas injetadas em moldes de aço (◇) e epóxi (■).

A figura 8.42 exibe o módulo de armazenamento  $E'$  das amostras de parede fina. Ao longo de toda a faixa de temperaturas, as peças injetadas em epóxi apresentam módulo mais baixo do que as injetadas em aço. Dentre as moldadas em aço, as duas amostras que possuem maiores espessuras de pele e índices de orientação molecular - SLHL(01) e SLLH(13) - apresentam uma queda de  $E'$  é mais gradual a partir dos 50 °C. Com base nos já discutidos trabalhos de FUJIYAMA *et al.* (1988) e STERN (2005), esse comportamento pode ser explicado pela contribuição significativa da pele fortemente orientada no aumento da rigidez. No mesmo sentido, a amostra que exibe a queda mais acentuada de  $E'$  com a temperatura é justamente a menos orientada, EHLH(30). O acentuado enrijecimento que começa a ser observado entre 110 e 140 °C, decorre provavelmente da cristalização, conforme já discutido na análise da curva de  $\tan\delta$ . É possível notar que tal enrijecimento inicia a temperaturas mais altas nas amostras injetadas em aço, especialmente SLLL(13) e SLHL(01), injetadas com  $T_{\text{mold}}$  baixa, de modo condizente às maiores taxas de resfriamento às quais foram submetidas.

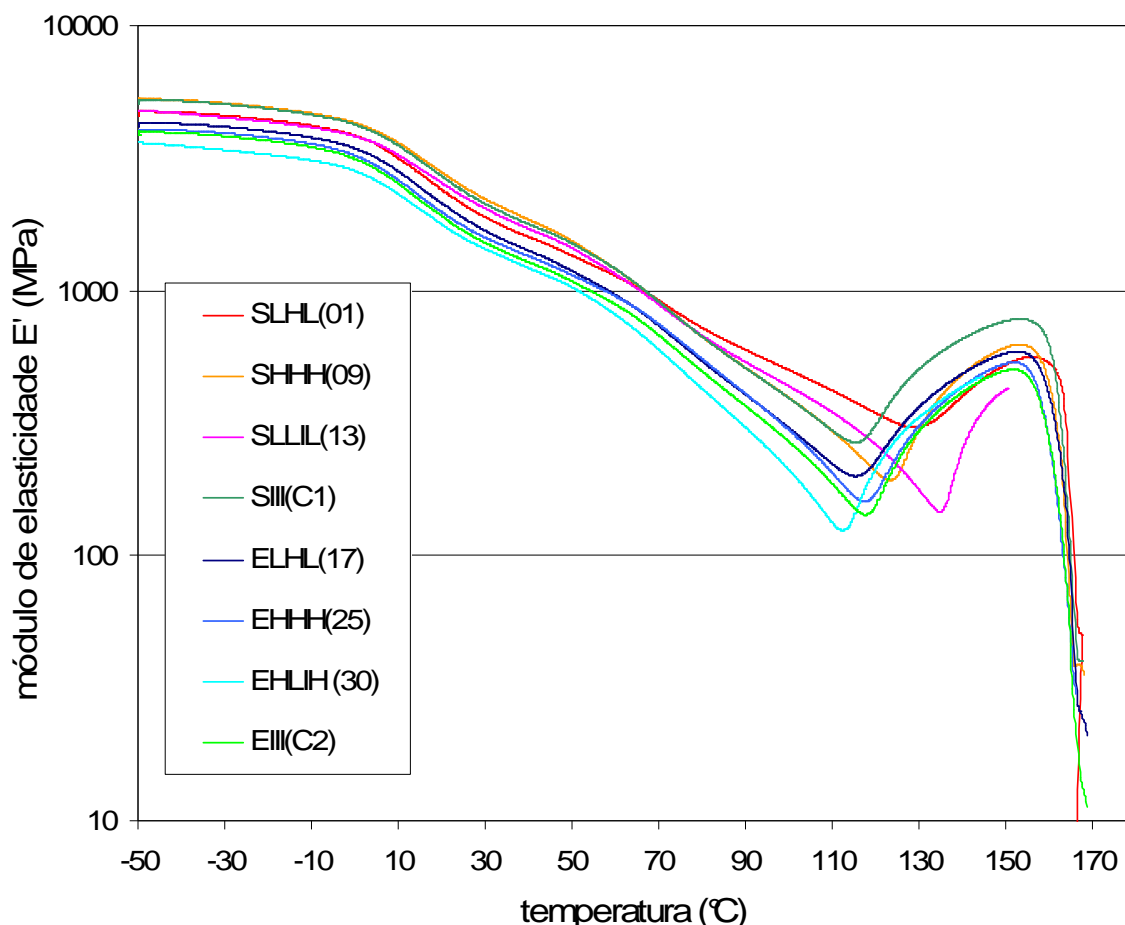


figura 8.42. Módulo de armazenamento ( $E'$ ) obtido por análise dinâmica de flexão em dois pontos para as amostras de paredes finas (espessura integral).

### 8.5 Considerações quanto à viabilidade do uso de moldes RRT para a moldagem de peças de paredes finas

A menor espessura da pele das peças moldadas em epóxi sugere que a pressão de injeção mínima necessária para o preenchimento da cavidade de um molde RRT deva ser menor do que em uma cavidade correspondente em aço. Apesar das diferenças geométricas das duas cavidades não permitirem conclusões quantitativas precisas, pôde-se observar uma tendência geral de redução da pressão de injeção na moldagem em epóxi. No caso das amostras injetadas sob condição HHH (09/25), única a preencher completamente ambas as cavidades, a redução foi de 35 %. Além disso, a pequena influência da velocidade de injeção sobre a espessura da pele das peças injetadas em epóxi pode ser entendida como uma aliada do processamento. Velocidades mais baixas exigem menores pressões hidráulicas, desde que não haja substancial redução da viscosidade.

Em contrapartida, as peças injetadas em epóxi exibiram mais rebarbas e maior irregularidade na espessura. Embora não se tenha estudado sistematicamente as dimensões dos moldados, notou-se que as peças eram mais espessas nas proximidades da entrada. A espessura

da região escolhida para os ensaios de caracterização sofreu variações de até 20%, conforme os parâmetros de injeção empregados. Como as peças injetadas em aço também exibiram irregularidade na espessura e uma razoável quantidade de rebarbas, é possível que a deformação (elástica e/ou plástica) da cavidade de epóxi não seja o fator de maior influência. A abertura localizada da linha de fechamento do molde deve estar ligada a fatores que poderiam ser corrigidos durante os processos de fabricação e montagem dos insertos, especialmente se o porta-molde for projetado especificamente para receber insertos RRT.

## 8.6 Considerações finais sobre os índices termomecânicos

O índice térmico, definido pelo quociente entre o grau de superaquecimento ( $T_b - T_c$ ) e o indicativo do tempo de resfriamento ( $T_b - T_i$ ), mostrou-se adequado para a previsão qualitativa da densidade, embora o melhor ajuste de regressão linear desta propriedade tenha sido com  $T_i$ . As propriedades mecânicas igualmente apresentaram comportamento coerente com os valores determinados para  $Y_c$ . Esses dois resultados reforçaram a impressão de que o ensaio em coluna de gradiente de densidade foi mais exato do que a técnica de WAXD adotada para estimativa do grau de cristalinidade.

Acredita-se que os maiores desvios do modelo de regressão linear entre densidade e  $Y_c$  tenham sido originados da adoção de um valor fixo para temperatura de cristalização. Assim, para que  $Y_c$  refletisse melhor o balanço entre nucleação e crescimento de cristalitos, seria importante usar um valor de  $T_c$  variável conforme o nível de pressão de recalque.

Na comparação do campo térmico entre peças espessas e finas moldadas sob combinações equivalentes de parâmetros de injeção,  $Y_c$  é praticamente igual no processamento das peças de ambas as espessuras, tanto no molde de aço quanto no molde VRE. As diferenças refletem apenas o maior aquecimento por dissipação viscosa decorrente das taxas de cisalhamento mais altas a que o material injetado é submetido no preenchimento das peças finas. Para que  $Y_c$  seja capaz de representar o campo térmico com maior exatidão, é necessário adaptar um fator de correção que considere a espessura da peça.

O índice termomecânico da pele não foi um bom indicador da espessura da pele. Por outro lado, mostrou boa correlação com o produto do índice de orientação molecular ( $\Omega$ ) pela razão pele/núcleo ( $\theta_{s/T}$ ), ao menos nas peças de paredes espessas. Além disso,  $\tau_{Y_s}$  foi útil na compreensão do comportamento da fase amorfa das peças de paredes finas submetidas a DTMA.

A tensão de cisalhamento máxima ( $\tau_w$ ), numerador do quociente que define  $\tau_{Y_s}$ , ajustou-se melhor ao índice de orientação molecular da pele ( $\Omega$ ) das peças espessas, e foi um índice plenamente adequado para a previsão qualitativa do conteúdo de fase  $\beta$ , tanto para peças espessas quanto finas.

A inexatidão do ajuste dos índices  $\tau_{Y_s}$  e  $\tau_w$  com as características estruturais analisadas foi maior nas peças finas do que nas espessas. Isso ocorreu, provavelmente, pela diferença na escolha das respectivas regiões da peça para a qual foram gerados os resultados das análises de simulação no CAE. Nas peças espessas a simulação foi conduzida em uma região afastada do ponto de injeção (entrada) e com variação desprezível da espessura da pele (ao menos ao longo da amostra cortada em micrótomo). Já nas peças finas, o elemento selecionado estava relativamente próximo da entrada, onde as variações de temperatura e pressão costumam ser menos representativas do preenchimento global da cavidade, e onde grandes variações de espessura da pele foram notadas em poucos milímetros ao longo do caminho de fluxo.

A rotina adotada para a estimativa da temperatura média da pele ( $Y_s$ ), variável que incide no cálculo de  $\tau_{Y_s}$ , é relativamente complexa e dependente da arbitragem do operador do *software* de simulação. Deve-se buscar uma forma mais simples e consistente de estimar o campo termomecânico na região da pele. A primeira tentativa nesse sentido, a substituição de  $Y_s$  por  $Y_c$ , não trouxe bons resultados.

# *Capítulo 9*

## *Epílogo*

## 9 EPÍLOGO

O objetivo desse trabalho foi ampliar o conhecimento do processo de injeção em moldes de fabricação rápida em resina no âmbito das influências das variáveis de controle do processo sobre qualidade do moldado. Peças de paredes espessas e finas foram injetadas segundo combinações de parâmetros que cobriram uma ampla janela de processamento. Por meio de ensaios em coluna de gradiente de densidade, microscopia de luz polarizada, difração de raios-x e análise termomecânica dinâmica, as características estruturais do polipropileno foram investigadas e relacionadas ao processamento. Nas peças de paredes espessas, ensaios de tração e medição da contração auxiliaram a avaliação comparativa das propriedades finais das peças injetadas em moldes de aço e epóxi.

Nos Capítulos 7 e 8, a discussão quanto às influências dos parâmetros de injeção sobre a estrutura e as propriedades foi organizada conforme as técnicas de caracterização. Portanto, antes da apresentação das conclusões do trabalho, faz-se necessário reorganizar os resultados sob o ponto de vista de cada parâmetro de injeção.

Após essa breve discussão, apresenta-se as conclusões conforme os objetivos propostos e sublinha-se a contribuição do trabalho para a comunidade científica. Ao final, são relacionadas as sugestões para a continuidade da linha de pesquisa.

### 9.1 Resumo das relações processo-estrutura e processo-propriedades

A tabela 9.1 resume as influências dos quatro parâmetros de injeção investigados sobre as características das peças injetadas em aço e epóxi. A seguir, são listadas as influências de cada parâmetro sobre as variáveis-resposta dos planejamentos experimentais.

tabela 9.1. Resumo das influências dos parâmetros de injeção sobre as características das peças injetadas em aço e epóxi. O nível de influência do parâmetro sobre a característica é indicado pelo número de setas, sentido da influência é indicado pela direção da seta (↑: diretamente proporcional, ↓: inversamente proporcional, ⇔: indefinido ou não influente) o significado estatístico é indicado pela cor da seta (↓: significativo; ⇓: não significativo). N.A.: não avaliado.

parâmetro de injeção	molde	paredes espessas						paredes finas	
		contração na largura (L1)	contração na espessura (T2)	contração na largura (W2)	densidade	espessura da pele	espessura do núcleo	densidade	espessura da pele
pressão de recalque	aço	⇓⇓⇓	⇓⇓⇓	⇓⇓⇓	⇓⇓	⇔	↑↑↑	N.A.	N.A.
	VRE	⇓⇓⇓	⇓⇓⇓	⇓⇓⇓	⇔	⇔	↑↑↑	N.A.	N.A.
velocidade de injeção	aço	⇓	⇔	⇔	⇔	⇓⇓⇓	⇔	↓	⇓⇓
	VRE	⇓	⇓	⇔	↑	⇓⇓	⇔	↑	⇔
temperatura de injeção	aço	⇔	⇔	↑	⇓⇓	⇓⇓	⇔	↓	⇓⇓
	VRE	⇔	↑	↑	⇔	↓	⇔	↑↑	⇓⇓
temperatura do molde	aço	⇓	↑↑	⇔	↑↑↑	↓	⇔	↑↑↑↑	⇔
	VRE	⇔	↑	⇓	↑↑↑	↓	⇔	↑↑	↓

### Pressão de recalque ( $P_{hold}$ )

- Foi o parâmetro mais importante na minimização da contração das peças injetadas em ambos os moldes. Além disso, as peças injetadas com baixa  $P_{hold}$  exibiram uma formação de rechupes comercialmente inaceitável.
- O nível alto da pressão de recalque diminuiu a densidade média da seção transversal das peças de paredes espessas moldadas em aço, mas somente nas condições em que temperatura do material também foi programada no nível alto. Não se observou influência significativa sobre a densidade dos moldados em epóxi.
- Não afetou significativamente a espessura da pele.
- Aumentou a espessura da zona de transição, tanto nos moldados em aço como em epóxi. Aparentemente, foi o único fator a afetar essa característica. Nas peças de paredes finas, para as quais  $P_{hold}$  foi mantida fixa, a zona de transição teve espessura semelhante, mas maior orientação nos moldados em epóxi.

### Velocidade de injeção ( $V_{fill}$ )

- Não influenciou significativamente a contração.
- Seu efeito na densidade foi muito pequeno, com significado estatístico, sentido e magnitude variando conforme o tipo de molde e espessura da peça.

- Seu aumento reduziu a espessura da pele, tendo sido o fator mais influente na espessura das peças de paredes espessas, especialmente na moldagem em aço. Nas peças de paredes finas, seu efeito foi verificado de forma nítida apenas nas peças injetadas em aço.

#### **Temperatura de injeção ( $T_{\text{melt}}$ )**

- Praticamente não afetou a contração.
- Reduziu a densidade das peças de paredes espessas injetadas em aço, mas apenas quando a pressão de recalque também foi programada no nível alto. Teve um pequeno efeito na redução da densidade das peças de paredes finas injetadas em aço.
- Teve um pequeno efeito no aumento da densidade das peças de paredes finas injetadas em epóxi, mas não afetou a densidade das peças espessas moldadas em epóxi.
- Reduziu a espessura da pele em todos os casos, tendo superado a magnitude da influência da velocidade na formação da pele das peças de paredes finas injetadas em epóxi. Praticamente não alterou a espessura das duas primeiras subcamadas da pele, mas influenciou fortemente sobre a espessura da terceira subcamada, a mais orientada.

#### **Temperatura do molde ( $T_{\text{mold}}$ )**

- Em relação à contração, teve influência significativa apenas na espessura das peças espessas, principalmente na moldagem em aço.
- Foi o fator de maior influência na densidade das peças espessas e finas, especialmente na moldagem em aço.
- Seu aumento provocou uma pequena, mas significativa, influência na redução da espessura total da pele. A espessura das duas primeiras subcamadas da pele foram afetadas, ao contrário da terceira e mais orientada subcamada.
- Quando a velocidade de injeção foi alta, a temperatura do molde passou a ter influência praticamente desprezível na espessura da pele.

O planejamento fatorial fracionado foi capaz de reduzir à metade o custo experimental necessário para satisfazer as exigências por informações sobre a influência de cada parâmetro de injeção sobre densidade, contração e espessura da pele, dentro de uma ampla janela de processamento. Por outro lado, como os ensaios de WAXD, tração e DTMA foram realizados somente para as amostras de maior interesse, para as características estruturais e propriedades



mecânicas não foi possível estabelecer o mesmo tipo de relação direta com os parâmetros de injeção. Além disso, o fatorial fracionado não proporcionou a produção de corpos de prova sob certas combinações de parâmetros que se demonstraram interessantes para comparações específicas durante o desenvolvimento do trabalho.

A distribuição pele-núcleo dos moldados por injeção torna a estrutura dos moldados por injeção complexa e de difícil relacionamento direto aos parâmetros de injeção. A morfologia e a microestrutura da pele e núcleo são diferentes e a contribuição de cada camada sobre as propriedades pode ter magnitudes diversas e sentidos contrários, conforme suas características. Da mesma forma, a modificação de um único parâmetro de moldagem pode afetar pele e núcleo de modo a que seus respectivos efeitos sobre uma dada propriedade sejam parcialmente compensados ou mesmo anulados. A combinação de dois ou mais parâmetros torna o quadro ainda mais complexo, especialmente pelos efeitos de suas interações. Cabe ainda ressaltar que todos os ensaios de caracterização foram realizados para amostras retiradas de uma mesma região do moldado. Embora a região tenha sido escolhida por sua representatividade do processo de injeção, o trabalho não pretendeu avaliar a característica heterogeneidade de propriedades que os injetados apresentam ao longo do caminho do fluxo.

Portanto, os índices termomecânicos se demonstraram indicadores mais depurados quanto aos efeitos do processamento sobre as propriedades mecânicas. A temperatura do molde foi o único parâmetro de moldagem a mostrar relações diretas com algumas das propriedades caracterizadas, mas desde que ponderada pelas propriedades térmicas dos materiais dos moldes e do polímero injetado, assumindo a forma de temperatura na interface polímero-molde ( $T_i$ ).

A tabela 9.2 resume as relações entre os índices termomecânicos e as propriedades mecânicas e resultados de DTMA das peças espessas injetadas em aço e epóxi.

tabela 9.2. Resumo das relações entre os índices termomecânicos e as propriedades mecânicas e resultados de DTMA das peças espessas injetadas em aço e epóxi. A direção das setas indica o sentido da relação entre índice e propriedade (↑: diretamente proporcional; ↓ inversamente proporcional; ⇔: indefinido) e o número de setas indica o nível de variação da propriedade em função do índice.

	$T_i$	$Y_c$	$\tau_{ys}$
módulo de elasticidade	↑↑	↑↑	↓
tensão máxima no escoamento	↑↑	↑↑	↓
alongamento no escoamento	↓↓↓	↓↓↓	↑
alongamento na ruptura	↓↓↓↓↓	↓↓↓↓↓	↑↑
temperatura de transição vítrea	↓↓	↓↓	↑
magnitude da transição $\beta$ (trans. vítrea)	⇔	⇔	⇔

Conforme apontado na tabela 9.2, os principais resultados quanto á relação dos índices termomecânicos são:

- Índices térmicos mais altos geraram peças mais rígidas e resistentes, mas com diferenças inferiores a 10%. A mesma relação foi verificada com a temperatura na interface polímero-molde.
- O alongamento à tensão máxima no escoamento e, especialmente, o alongamento na ruptura foram fortemente afetados por  $Y_c$ . Quanto maiores os valores de  $Y_c$  e  $T_i$ , menor a capacidade de deformação plástica mostrada pelo polipropileno injetado.
- Relações inversas foram verificadas com o índice termomecânico da pele ( $\tau_{Ys}$ ). Porém, dada a pequena espessura da pele nas peças espessas, os valores de  $\tau_{Ys}$  refletem mais a influência do campo térmico ( $Y_s$ ,  $Y_c$ ) do que do mecânico ( $\tau_w$ ).
- Nas peças de paredes finas,  $\tau_{Ys}$  foi um bom indicativo da tendência de redução da mobilidade da fase amorfa com o aumento da quantidade de orientação molecular na pele.

## 9.2 Conclusões

**Quanto à comparação da estrutura das peças injetadas em moldes VRE com as injetadas em moldes de aço:**

- Em praticamente todas as amostras injetadas em epóxi, identificou-se a distribuição estrutural característica do polipropileno: pele birrefringente, zona de transição com nível intermediário de orientação e núcleo esferulítico, praticamente isotrópico.
- Nas peças de paredes finas, os moldados em epóxi apresentaram estrutura esferulítica na zona de transição, diferentemente das estruturas alongadas na direção do gradiente térmico observadas na zona de transição dos moldados em aço.
- Nas amostras injetadas em aço pôde-se identificar claramente as três subcamadas da pele relatadas pela literatura. Padrões semelhantes foram observados nas peças injetadas em epóxi, mas com a primeira subcamada bem mais estreita e com textura granulosa, ao invés da aparência lisa, sem estrutura resolvível ao microscópio.
- A espessura da pele das peças injetadas em moldes VRE foi menor do que a das injetadas em aço. Para condições experimentais iguais, a injeção em epóxi reduziu

a espessura da pele à metade nas peças espessas e a um terço nas peças finas. Porém, a espessura média da pele das peças de paredes finas pouco divergiu do observado nas peças espessas.

- As peles mais espessas nas moldagens em aço e em epóxi foram obtidas na condição de injeção com níveis baixos de  $T_{melt}$ ,  $V_{fill}$ , e  $T_{mold}$ . Porém, a orientação molecular foi significativamente mais alta nas peças injetadas simultaneamente sob baixa  $T_{melt}$  e alta  $V_{fill}$ , independentemente do tipo de molde.
- De modo geral, os níveis de orientação da pele das peças de paredes espessas injetadas em epóxi foram muito próximos aos das peças injetadas em aço sob mesmas condições experimentais. Mas, sempre para condições experimentais correspondentes, a orientação molecular foi mais intensa nas peças finas do que nas espessas, especialmente nos moldados em aço.
- A fase  $\beta$ -cristalina foi observada em todas as peças processadas simultaneamente sob baixa  $T_{melt}$  e alta  $V_{fill}$ , independentemente do material do molde. Na moldagem em epóxi, os percentuais foram ligeiramente maiores.

**Quanto à influência dos parâmetros de injeção nas características estruturais e propriedades das peças injetadas em moldes VRE, comparativamente à moldagem em aço:**

- A influência dos parâmetros de injeção nas características e propriedades das peças injetadas em epóxi segue as mesmas tendências gerais do processamento em aço, embora com intensidades diferentes.
- O controle da etapa de recalque demonstrou-se importante para o processamento em moldes VRE. A pequena diferença dimensional verificada entre moldados em aço e epóxi teria sido maior caso a pressão de recalque não tivesse compensado a contração volumétrica decorrente da maior cristalinidade dos moldados em epóxi. Por outro lado, como os moldes RRT são mais sensíveis à pressão do que os moldes convencionais de produção, é recomendável que os parâmetros de controle da etapa de recalque sejam otimizados via simulações combinadas da moldagem e dos esforços mecânicos, principalmente quando a cavidade incluir *features* com altas razões de altura e de aspecto.
- Do ponto de vista do processamento, os moldes VRE podem produzir peças dentro de especificações dimensionais comercialmente aceitáveis desde que os parâmetros de injeção sejam adequadamente programados. Fora desse âmbito, é necessário que o projeto da cavidade preveja uma contração de moldagem ligeiramente superior aos valores tradicionalmente empregados para a injeção em

moldes de aço, que a fabricação dos insertos seja adequada aos requisitos de projeto e que a montagem dos insertos no porta-molde garanta o correto fechamento das superfícies e impeça a formação de rebarbas.

- A estrutura do moldado foi significativamente alterada pela temperatura do molde VRE. Portanto, os moldes VRE devem ser mantidos a temperaturas baixas não apenas para aumentar a vida útil das ferramentas, mas também para melhorar as propriedades das peças.
- Para valores de  $Y_c$  equivalentes, as propriedades mecânicas das peças moldadas em epóxi são semelhantes. Esse resultado deveu-se sobretudo à pequena influência da pele nas propriedades investigadas. Em peças cuja pele seja mais espessa e, portanto, mais influente nas propriedades mecânicas, há a expectativa de que equivalências no índice  $\tau_{Ys}$  também tendam a refletir semelhanças estruturais entre peças moldados em aço e epóxi.
- Embora o trabalho não tenha objetivado a otimização dos parâmetros de injeção, pode-se dizer que o conjunto ótimo de parâmetros de moldagem muda conforme o material do molde e de que os moldes VRE podem viabilizar a produção de peças com propriedades mecânicas adequadas aos requisitos de protótipos funcionais e à determinadas especificações comerciais.

#### **Quanto à viabilidade do uso de moldes VRE para a moldagem de peças de paredes finas:**

- Conforme esperado, houve uma tendência geral de redução da pressão de injeção mínima necessária para o preenchimento da cavidade nos moldes VRE, justificada pela menor espessura da pele em relação aos moldados em aço.
- A pequena influência da velocidade de injeção sobre a espessura da pele das peças finas injetadas em epóxi sugere que materiais de maior viscosidade possam ser injetados sem que haja solidificação prematura.
- A pele menos espessa e menos orientada, assim como a menor orientação da zona de transição, confirmam a idéia de que os moldes VRE possam produzir peças com menos tensões residuais e sem a necessidade de aparatos especiais para controle da temperatura do molde.
- O maior desafio para o emprego comercial de moldes VRE na injeção de peças de paredes finas está na precisão da fabricação e montagem dos insertos, de modo a garantir as tolerâncias dimensionais de projeto.

### **Quanto ao emprego de sistema CAE para simulação do processo de injeção em moldes VRE:**

- Ao menos no que tange à determinação dos índices termomecânicos e espessura da pele, a eficiência da simulação do processo de moldagem por injeção em moldes VRE não diferiu substancialmente do obtido para moldes de aço.
- O índice termomecânico da pele  $\tau_{Ys}$  ajustou-se bem apenas ao nível de orientação molecular ponderado pela espessura da pele de paredes espessas, o que indica a necessidade de revisão do seu procedimento de determinação via simulação.
- De modo geral, o CAE se demonstrou uma ferramenta adequada à simulação do preenchimento de cavidades de geometria simples para moldes VRE, principalmente do ponto de vista qualitativo das informações que podem ser extraídas da análise.
- Os bons resultados da simulação da moldagem em epóxi dependeram decisivamente do valor de entrada para o coeficiente de transferência de calor ( $h$ ). Esse parâmetro de simulação teve seu valor calculado com base nas propriedades térmicas dos materiais dos moldes.

### **9.3 Contribuição científica do trabalho**

No âmbito do desenvolvimento de produtos, as modernas metodologias recomendam o emprego de protótipos em determinadas etapas do processo de projeto. Peças produzidas com o material definitivo e pelo processo definitivo, não só aceleram o desenvolvimento como podem se constituir em lotes-piloto.

Acredita-se que este trabalho tenha tido sucesso em preencher uma lacuna importante no desenvolvimento dos moldes de fabricação rápida. A metodologia adotada permitiu a exploração de uma janela de processamento bastante aberta, combinando os quatro principais parâmetros de injeção e duas diferentes espessuras de peça, além de caracterizar as propriedades dos moldados com um número relativamente grande de técnicas. Como consequência, este trabalho contribuiu para a comunidade científica nos seguintes aspectos:

- entendimento mais amplo das influências dos parâmetros de injeção sobre a microestrutura, contração e propriedades mecânicas de tração de peças injetadas em um dos mais difundidos tipos de ferramenta de fabricação rápida;
- avaliação da injeção de peças de paredes finas em moldes RRT, sob a luz tanto das generalidades do processo de moldagem como da microestrutura do moldado;

- reconhecimento de que a variação dos parâmetros de processo podem afetar significativamente a estrutura e as propriedades das peças injetadas em moldes de baixa condutividade térmica, mesmo para um polipropileno de alta fluidez;
- confirmação das perspectivas de que os moldes RRT possam ser empregados não apenas como técnica de prototipagem rápida para avaliação do projeto do produto, mas também com ferramenta de auxílio ao projeto do molde definitivo, à especificação de máquina injetoras e à otimização de parâmetros de processo, e como alternativa tecnológica para a moldagem de peças de processamento complexo.

#### **9.4 Sugestões para trabalhos futuros**

Com base nas discussões apresentadas e na experiência adquirida ao longo do trabalho, a seguir são resumidas sugestões para complementação desta tese e continuidade da linha de pesquisa.

- 1) Avaliação quantitativa das possibilidades de redução da pressão de injeção em moldes RRT para peças de paredes finas:

O emprego de cavidade projetadas especificamente para a investigação, o uso combinado de termopares e transdutores de pressão e a caracterização da distribuição estrutural via microscopia pode fornecer informações quantificadas e mais detalhadas sobre as relações entre a velocidade de injeção, a espessura da pele e a pressão mínima necessária para o preenchimento. Polipropilenos com diferentes viscosidades poderiam ser submetidos à análise, visando à definição dos limites da viabilidade técnica de aplicação dos moldes RRT. A seleção de termoplásticos de engenharia para o mesmo tipo de estudo seria um segundo passo nesta linha.

- 2) Aprofundamento da avaliação das características microestruturais das peças injetadas em moldes RRT:

Peças injetadas em moldes RRT e em aço (para fins comparativos) seriam submetidas à uma investigação mais detalhada de sua microestrutura, de modo a:

- avaliar a orientação molecular por meio de técnicas de WAXD que permitam a obtenção de informações mais detalhadas (como as funções de orientação cristalográfica de Hermans, calculadas a partir de figuras de pólo obtidas com a rotação da amostra segundo o ângulo azimutal) e que possam fornecer um mapeamento através da espessura da peça; paralela ou alternativamente, a

orientação molecular poderia ser avaliada pelas técnicas de dicroísmo no infravermelho (FTIR) e espalhamento de luz em baixo ângulo (SALS)

- caracterizar parâmetros não investigados nesta tese, como tamanho de esferulitos e espessura de lamela;
- caracterizar tensões residuais;

Tendo-se como base os resultados apresentados nesta tese, combinações de parâmetros de moldagem poderiam ser pré-avaliadas por simulações do processo de moldagem em aplicativos CAE. Assim, seria possível restringir o número de condições experimentais de moldagem e obter amostras que representassem extremos de espessura de pele, diferentes padrões de distribuição de subcamadas da pele e extremos de nível de orientação molecular. Recomenda-se a seleção de *grades* de polipropileno que ressaltem mais as influências do processo sobre a estrutura.

### 3) Aprofundamento da avaliação das propriedades mecânicas das peças injetadas em moldes RRT:

Este tema é a complementação da sugestão de trabalho anterior. Além das propriedades mecânicas de tração, deve-se incluir a avaliação das propriedades de flexão e impacto, uma vez que são destes tipos as solicitações que as peças injetadas costumam estar sujeitas quando em serviço.

### 4) Aperfeiçoamento do procedimento de determinação dos índices termomecânicos:

O índice térmico  $Y_c$  pode reproduzir mais precisamente as condições de nucleação e crescimento das estruturas cristalinas se a temperatura na interface polímero-molde considerar o aquecimento sofrido pelo molde RRT durante o ciclo e se forem estimados os efeitos do processo sobre a temperatura de cristalização como, por exemplo, a influência da pressão de recalque. Quanto ao índice termomecânico da pele  $\tau_{ys}$ , inicialmente é preciso verificar se a sua inadequação à previsão da espessura da pele decorreu ou não da especificidade das condições deste trabalho, para então padronizar um procedimento de determinação da temperatura média da pele via simulação ou encontrar um indicador que represente com mais precisão o balanço entre orientação e relaxação molecular.

## 10 REFERÊNCIAS

- AHRENS, C. H.; RIBEIRO JR, A. S.; BEAL, V. E. Uma Análise Comparativa de Técnicas de Extração de Calor de Peças Plásticas Moldadas em Insertos Obtidos por Estereolitografia. In: 6º CBPol - Congresso Brasileiro de Polímeros / IX International Macromolecular Colloquium, Gramado (RS). **Anais...**Nov, 2001, v.CD-ROM.
- AHRENS, C.H.; VOLPATO, N. Ferramental Rápido. In: VOLPATO, N. **Prototipagem Rápida. Tecnologias e Aplicações**. São Paulo: Edgar Blücher, 2007. P. 163-192.
- ALBEROLA, N.; FUGIER, M.; PETIT, D.; FILLON, B. Microstructure of quenched and annealed films of isotactic polypropylene – part I. **Journal of Materials Science**, v.30, p. 1187-1195, 1995.
- ALMEIDA, A.M. **Influência da variação do perfil de velocidades de injeção na orientação molecular de moldados de polipropileno**. 2006. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.
- ALURU, R., KEEFE, M., ADVANI, S. Simulation of injection molding into rapid prototyped molds. **Rapid Prototyping Journal**, v. 7, n.1, p. 42-51, 2001.
- AURREKOETXEA, J.; SARRIONANDIA, I.; URRUTIBEASCOA, I.; MASPOCH, M.L. Effects of injection moulding induced morphology on the fracture behaviour of virgin and recycled polypropylene. **Polymer**, v.44, p. 6959-6954, 2003.
- BALTÁ-CALLEJA, F.J. Microhardness studies of polymers and their transitions. **Trends in Polymer Science**, v.12, n.12, p. 419-425, 1994.
- BALTÁ-CALLEJA, F.J. Microhardness relating to crystalline polymers. **Advances in Polymer Science**, v. 66, p.118-148, 1985.
- BARETA, D.R.; ZEILMANN, R.P.; COSTA, C.A.; POUZADA, A.S. Application of alternative materials in hybrid mould cores. In: RPD 2006 – Building the Future by Innovation, 2006 **Proceedings...**Marinha Grande: CENTIMFE, 2006.
- BARROS, F. **Curso básico de resinas para modelação e ferramentaria**. Huntsman, 2002.
- BEARD, T. **Machining from STL files - stereolithography tessellation language**. Modern Machine Shop, Jan., 1997. Disponível online em: [http://findarticles.com/p/articles/mi\\_m3101/is\\_n8\\_v69/ai\\_19115044](http://findarticles.com/p/articles/mi_m3101/is_n8_v69/ai_19115044). Acessado em 08/05/2007.
- BIRLEY, A. W.; BATCHELOR, J.; HAWORTH, B. **Physics of Plastics**. Munich: Hanser Gardner, 1997.
- BRUCATO, V.; PICCAROLO, S.; LA CARRUBBA, V. An experimental methodology to study polymer crystallization under processing conditions. The influence of high cooling rates. **Chemical Engineering Science**, v. 57, p. 4129-4143, 2002.
- BURNS, D. **Analysis of metal coating effects on stereolithography rapid tooling for injection molding**. Thesis (Master of Science). University of Massachusetts Lowell, Lowell, 1997.
- BUSATO, F. **Parâmetros de moldagem por injeção de termoplásticos em moldes fabricados por estereolitografia com a resina SOMOS 7110**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2004.
- CANOVI, P.N.. **Basic requirements to achieve quality and productivity in the molding process**. Genebra: P.N. Canovi, 2004.



- CEDORGE, T., COLTON, J.S. Draft angle and surface roughness effects on stereolithography molds. **Polymer Engineering and Science**, v. 40, n. 7, p. 1581-1588, 2000.
- CEDORGE, T., LE BAUT, Y., PALMER, A., COLTON, J. Design Rules for Stereolithography Injection Molding Inserts. 8th European Conference on Rapid Prototyping and Manufacturing, 1999, Nottingham. **Proceedings...** p. 193-209
- CERMAK, R., OBADAL, M., PONIZIL, P., POLASKOVA, M., STOKLASA, K., LENGALOVA, A. Injection-moulded a- and b-polypropylenes: I. Structure vs. processing parameters. **European Polymer Journal**, v. 41, p. 1838–1845, 2005.
- CERMAK, R., OBADAL, M., PONIZIL, P., POLASKOVA, M., STOKLASA, K., HECKOVA, J. Injection-moulded a- and b-polypropylenes: II. Tensile properties vs. processing parameters. **European Polymer Journal**, v. 42, p. 2185–2191, 2005.
- CHEAH, C. M.; CHUA C. K.; ONG H. S. Rapid Moulding Using Epoxy Tooling Resin. **Int. J. of Advanced Manufacturing Technology**, v. 20, p. 368–374, 2002.
- CHEN, S.C.; JONG, W.R.; CHANG, Y.P.; KANG, Y.; PENG, H.S.; HUANG, L.T.; YANG, L.K.; CHANG, C.T.; LUO R.C. Structure performance of thin-wall injection molded parts. In: ANTEC 2001, Dallas. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 2001.
- CHEN, S.C.; PENG, H.S.; HUANG, L.T.; CHANG, C.T.; WEI, D.Y.; RUO R.C. Thin-wall injection moulding. In: ANTEC, 2000, Orlando. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 2000.
- COCCORULLO, I., PANTANI, R., TITOMANLIO, G. Crystallization kinetics and solidified structure in iPP under high cooling rates. **Polymer**, v.44, p. 307-318, 2003.
- COLTON, J.S., CRAWFORD, J., PHAM, G., RODET, V. Failure of Rapid Prototype Molds During Injection Molding. **Annals of the CIRP**, v. 50, n. 1, p. 129-132, 2001.
- COSTA, L.; JACOBSON, K.;BRUNELLA, V.; BRACCO, P. Effects of microtomy on the material properties of ultra high molecular weight polyethylene. **Polymer Testing**, v. 20, p. 649–659, 2001.
- COXE, M.; BARRY, C.M; BANK, D.; NICHOLS, K. The establishment of a processing window for thin wall injection moulding of syndiotactic polystyrene. In: ANTEC, 2000, Orlando. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 2000.
- D.G.YAO, B. KIM, Increasing flowlength in thinwall injection molding using a rapidly heated mold, **Polym. Plast. Technol. Eng.** v.41, n.5, p. 819–832, 2002.
- DAMLE, M., MEHTA, S., MALLOY, R., MCCARTHY, S.P. Effect of fibre orientation on mechanical properties of an injection moulded part and a stereolithography –insert moulded part. In: ANTEC, 1998, Atlanta. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 1998, p. 584-588.
- DAWSON, E.K., MUZZY, J.D. The effect of rapid prototype tooling on final product properties. In: ANTEC, 1999, New York. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 1999.
- DE MICCO, S., FRONTINI, P.M., VIANA, J.C. Fracture behaviour of injection moulded polypropylene: the effect of processing conditions. In: Engineering with Polymers: a Europe-Latin America research experience. Guimarães: Plastinet, 1997.
- DECELLES, P., BARRIT, M. **Direct AIM Prototype Tooling Procedural Guide**, P/N 70275/11-12-96, 3D Systems, Valencia, EUA, 1996.
- DECELLES, P.; BARRITT, M. **Direct AIM™, prototype tooling**, White Paper, 3D Systems Inc. Valencia (EUA), 1997.

- DELL'ARCIPRETE, J., MALLOY, R., MCCARTHY, S. Cavity pressure studies for stereolithography produced tooling. IN: In: ANTEC, 1999, New York. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 1999.
- DUSEL, K.H., ESCHL, J., EYERER, P., LÜCK, T. Rapid Tooling: Simulation and Application of the Injection Moulding Process. In: 7<sup>TH</sup> EUROPEAN CONFERENCE ON RAPID PROTOTYPING AND MANUFACTURING, 1998, Aachen.
- FARAH, M.; BRETAS, R. E. S. Characterization of i-PP shear-induced crystallization layers developed in a slit die. **Journal of Applied Polymer Science**, v.91, p. 3528-3541, 2004.
- FERREIRA, A. C. e LAFRATTA, F. H. **Conheça alguns meios para a obtenção de protótipos de peças injetadas**. Plástico Industrial, Editora Aranda, São Paulo. Setembro, 1998.
- FERREIRA, A. C.; VANDRESEN, M. O uso da técnica do núcleo perdido na ferramentaria rápida com estereolitografia. In: Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 2000, Natal. **Anais...** Natal: Conem 2000, v.1. p.71 – 78.
- FLORES, A.; AURREKOETXEA, J.; GENSLER, R.; KAUSCH, H.H.; BALTA-CALLEJA, F.J. Microhardness-structure correlation of iPP/EPR blends: influence of molecular weight and EPR particle content. **Colloid Polymer Science**, v. 276, p. 786–793, 1998.
- FOGGIATTO, J. A. **Utilização do processo de modelagem por fusão e deposição (FDM) na fabricação rápida de insertos para injeção de termoplásticos**. 2005. Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.
- FOGGIATTO, J.A.; AHRENS, C.H.; SALMORIA, G. V.; PIRES, A. T. N. Moldes de ABS construídos pelo processo de modelagem por fusão e deposição para injeção de PP e PEBD. **Polímeros - Ciência e Tecnologia**, v. 14, n. 5, p. 349-353, 2004.
- FRICK, A.; STERN, C.; BERGER, U. Manufacturing of high quality micro prototypes by injection molding using hybrid mold technology. In: First International Conference on Multi-Material Micro Manufacture, 2005, Karlsruhe. **Proceedings...** Amsterdam: Elsevier, 2005.
- FUJIYAMA, M.; WAKINO, T.; KAWASAKI, Y. Structure of skin layer in injection molded polypropylene. **Journal of Applied Polymer Science**, v.35, p. 29-49, 1988.
- GIPSON, P.M., GRELE, P.F., SALOMON, B.A. The effects of process conditions, nominal wall thickness and flow length on the shrinkage characteristics of injection molded polypropylene. **Journal of Injection Molding Technology**, v. 3, n. 3, p. 117-125, 1999.
- GOMIDE, R. B. **Fabricação de componentes injetados com o uso de insertos de resina termofixa produzidos por estereolitografia**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2000.
- GOMIDE, Ricardo B. **Fabricação de Componentes Injetados com uso de Insertos de Resina Termofixa Produzidos por Estereolitografia**. 2000. Dissertação (Mestrado). Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.
- GONÇALVES, M. W.; SALMORIA, G. V.; POUZADA, A. S.; OLIVEIRA, M. J. ; AHRENS, C. H. Injection moulding of PP into an Al-Stereolithography hybrid mould: influence on microstructure. In: 41<sup>o</sup> International Symposium on Macromolecules, 2006, Rio de Janeiro (Brasil). Proceedings of MACRO 2006 - World Polymer Congress, 2006. v. CD-ROM.
- GUO, X.; ISAYEV, I.; GUO, L. Crystallinity and microstructure in injection molding of isotactic polypropylene. Part 1: A new approach to modelling an model parameters. **Polymer Engineering and Science**, v.39, n.10, 1999.

- HARRIS, R. The Injection Moulding of PEEK using Stereolithography Moulds. **RAPTIA Newsletter**, Grafisk Profil, Denmark, n. 7, p.6-7, 2002.
- HARRIS, R.A., DICKENS, P.M. The selection of mould design variables in direct stereolithography injection mould tooling. In: ANTEC, 2001, Dallas. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 2001.
- HARRIS, R.A, N., DICKENS, P. A Determining, Understanding & Controlling the Morphology of Injection Moulded Parts Produced in Stereolithography Moulds. In: ANTEC, 2003, Nashville. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 2003.
- HAYDEN K.; ENGELMANN, P; DEALEY, R.; MONFORE, M. Mold wear vs. wall thickness: critical information for thin wall molding. In: ANTEC, 1999, New York. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 1999.
- HE J., ZOLLER P. Crystallization of polypropylene, nylon-66 and poly(ethyleneterephthalate) at pressures to 200 MPa: kinetics and characterization of products. **J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys.**, v.32, n.6, p. 1049-67, 1994.
- HEMRICK, J. G., STARR, T. L., ROSEN, D.W. Release behavior for powder injection molding in stereolithography molds. **Rapid Prototyping Journal**, v. 7, n.2, p. 115-121, 2001.
- HILTON, P. D.; JACOBS, P. F. **Rapid Tooling: Technologies and Industrial Applications**. 2000. 269 p. Marcel Dekker. ISBN: 0824787889.
- HOFFMAN, J.D.; MILLER, R. L. Organic Polymers. In: LAGNFORD, H.D.; PSARAS, P.A. **Advancing Materials Research**. Washington D.C.: National Academy Press, 1997. Chapter 12, p. 245-282.
- HOPKINSON, N., DICKENS, P. Predicting stereolithography injection mould tool behaviour using models to predict ejection force and tool strength. **Int'l J. of Production Research**, v. 38, n. 16, p. 3747-3757, 2000.
- HOUSMANS, J.-W. **Experimental Methods for Characterization of Flow Induced Crystallization**. 2003. Thesis (Master). Technische Universiteit Eindhoven, Eindhoven.
- HUANG M.C.; TAI, C.C. The effective factors in the warpage problem of an injection-moulded part with a thin shell feature. **Journal of Materials Processing Technology**, n.110, p. 1-9, 2001.
- J. ZHAO, R.H. MAYES, G. CHEN, Effects of process parameters on micromolding features. **Polym. Eng. Sci.** v. 43, n. 9, p.1542–1554, 2003.
- JACOBS, P. The effects of random noise shrinkage on rapid tooling accuracy. **Materials & Design**, v. 21, n. 2, p. 61-62, 2000.
- JANCZYK, M., MCLAUGHLIN, R., MCCARTHY, S.P. Rapid stereolithography tooling for injection moulding: the effect of cooling channel geometry. **Journal of Injection Moulding Technology**, v.1, n.1, p. 72-78, 1997.
- JANSEN, K.M.B.; VAN DIJK, D.J.; HUSSELMAN, M.H. Effect of processing conditions on shrinkage in injection molding. **Polymer Engineering and Science**, v.38, n. 5, p. 838-847, 1998.
- JARUS, D.; SCHEIBELHOFFER, A.; HILTNER, A.; BAER, E. The effect of skin-core morphology on the heat-deflection temperatue of polypropylene. **Journal of Applied Polymer Science**, v.60, p. 209-219, 1996. JAYANTHI, S., HOKUF, B., MCCONNELL, R., SPEER, R.J., FUSSEL, P.S. Stereolithography injection moulds for direct tooling. Solid Freeform Fabrication Symposium, Austin, 11/13 ago., 1997. **Proceedings...** p 317-323, 1997.
- JOHANNABER, F. **Injection Molding Machines**. 3<sup>rd</sup> edition. Munich: Hanser, 1994.

- KADOTA, M.; CAKMAK, M.; HAMADA, H. Structural hierarchy in co-injection molded polystyrene/polypropylene parts. **Polymer**, v.40, p. 3119-2145, 1998.
- KALAY, G.; BEVIS, M.J. in: KARGER-KOCIS, J. **Polypropylene: An A-Z Reference**. Dordrecht: Kluwer, p. 329-334, 1997.
- KALAY, G.; BEVIS, M.J. Processing and physical property relationships in injection-molded isotactic polypropylene. 2. Morphology and crystallinity. **Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics**. v.35, p. 265-291, 1997.
- KAMPHUIS, K. e VANHIEL, B. **Rapid tooling for injection molding using casting resin**. Project Report, Rapid Prototyping and Manufacturing Institute. Georgia Institute of Technology, Atlanta, EUA. Primavera, 1997.
- KANTZ, M.R.; NEWMAN, H.D.; STIGALE, F.H. The skin-core morphology and structure-property relationships in injection-molded polypropylene. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 16, p. 1249-1260, 1972.
- KARGER-KOCSIS, J. **Polypropylene: An A-Z Reference**. Dordrecht: Kluwer, 1997. ISBN 0 412 802007.
- KARGER-KOCSIS, J.; MOUZAKIS, D.E.; EHRENSTEIN, G.W., VARGA, J. Instrumented tensile and falling weight impact response of injection-molded alpha and beta-phase polypropylene homopolymers with various melt flow indices. **Journal of Applied Polymer Science**, v.73, p. 1205-1214, 1999.
- LA CARRUBBA, V. **Polymer solidification under pressure and high cooling rate**. 2000. Tese (doutorado). Dipartimento di Ingegneria Chimica dei Processi e dei Materiali, Università di Salerno, Salerno.
- LAFRATTA, F. H. **Uso de fluido refrigerante, temporariamente confinado, em ferramental rápido para a injeção de termoplásticos**. 2004. 180 f. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.
- LANGEN, M., MICHAELI, W. Temperature distribution in rapid tooling cavities – How close are injection molded prototypes to series parts ? In: ANTEC, 1997, Toronto. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics, 1997, p. 939-945.
- LENCINA, D. C. **Fabricação rápida de ferramentas produzidas por estereolitografia e recobertas com níquel-fósforo depositado por eletroless - com estudos de caso em moldagem de plásticos por injeção e fundição em areia aglomerada por resinas do tipo caixa fria**. Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2004.
- LENCINA, Diovani C. **Fabricação Rápida de Ferramental - “Rapid Tooling”**. 2º Fórum Técnico do Plástico, CEFET-RS, Sapucaia do Sul, Outubro, 2000.
- LEO, V., CUVELLIEZ, CH. The effect of the packing parameters, gate geometry and mold elasticity on the final dimensions of a molded part. **Polymer Engineering and Science**, v.36, n. 15, p. 1961-1971, 1996.
- LI, Y., GARGIULO, E.P., KEEFE, M. Studies in Direct Tooling Using Stereolithography. **Journal of Manufacturing Science and Engineering**, v. 122, p. 316-322, Mai. 2000.
- LIAO, S.J.; CHANG, D.Y.; CHEN, H.J.; TSOU, L.S.; HO, J.R.; YAU, H.T.; HSIEH, W.H.; WANG, J.T.; SU Y.C. Investigation of optimum conditions of thin-wall injection moulding process. In: ANTEC 2001, Dallas. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 2001.

- LIAO, S.J.; CHANG, D.Y.; CHEN, L.S.; TSOU, J.R.; HO, J.R.; YAU, H.T.; HSIEH, W.H. Optimal process conditions of shrinkage and warpage of thin-wall parts. **Polymer Engineering and Science**, v.44, n.5, p. 917-928, 2004.
- LINDNER, F. Vergleichende Analyse zur Seriennähe von Rapid Tooling-Prozessketten und spritzgegossenen Kunststoffprototypen. Tese (Doutorado). RWT/IKW, Aachen, 2002.
- MACFARLANE, S., DUBAY, R. The effect of varying injection molding conditions on cavity pressure. In: ANTEC, 2000, Orlando. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 2000.
- MALLOY, R.A. **Plastic Part Design for Injection Molding**. Munich: Hanser Gardner, 1994.
- MALONEY, R.P.; POSLINSKI, A.J. Viscosity pressure dependence and material degradation effects on thinwall mold filling simulation. In: ANTEC, 1998, Atlanta. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 1998.
- MASOOD, S.H.; SONG, W.Q., Development of new metal/polymer materials for fused deposition modeling. **Materials & Design**, v. 25, n. 7, p. 587-594, 2004.
- MATWEB. Disponível em: <http://www.matweb.com/search/SpecificMaterial.asp?bassnum=M1045C>. Acesso em 20 jan. 2007.
- MENDOZA, R.; RÉGNIER, G.; SEILER, W.; LEBRUN, J.L. Spatial distribution of molecular orientation in injection molded iPP: influence of processing conditions. **Polymer**, v.44, p. 3363-3373, 2003.
- MENGES, G.; MOHREN, P. **How to Make Injection Molds**. Munich: Hanser, 1993.
- MINARDI, A.; BOUDEULLE, M.; DUVAL, E.; ETIENNE, S. The effect of the moulding conditions on the semicrystalline structure of polypropylene. **Polymer**, v.38, n.15, p. 3957-3965, 1997.
- MOLDFLOW Plastics Insight, release 6.0: Moldflow Corporation, 2006.
- MONTGOMERY, D.C.; RUNGER, G.C; HUBBLE, N.F.; **Estatística Aplicada à Engenharia**. 2ª edição. Rio de Janeiro: LTC, 2004.
- O'HAGAN, M.A. Investigation of rapid tooling techniques for injection moulding. Plastinet Report. Plastinet, 2005. Disponível on-line em: <http://www.dep.uminho.pt/plastinet/ExtendedAbstractAnn.pdf>. Acessado em: 17 jan 2007.
- PALMER, A., COLTON, J.S. Design rules for stereolithography injection molding inserts. In: ANTEC, 1999, New York. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 1999.
- PALMER, A.E.; COLTON, J.S. Failure mechanisms in stereolithography injection molding tools. **Polymer Engineering and Science**, v.40, n. 0, p. 1395-1404, 2000
- PANTANI R.; SPERANZA, V.; TITOMANLIO, C. Relevance of mold-induced thermal boundary conditions and cavity deformation in the simulation of injection molding. **Polymer Engineering and Science**, v.41, n. 11, p. 2022-2035, 2001.
- PARADIS, R. A comparison of the conventional machined aluminium and rapid epoxy Shell prototype mould building process. **Journal of Injection Moulding Technology**, v. 2, n.1, p. 8-17, 1998.
- PEIXOTO, F. L. **Sistemática para a tomada de decisão quanto a realização de uma análise de fluxo de um sistema CAE**. Dissertação (mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1999.

- PEIXOTO, F.L.; CAVALHEIRO A. Z.; SALMORIA, G.V.; AHRENS, C. H.; FASCIN, H. M.; HILDEBRAND, C. P. Thin wall plastic part design assisted by rapid tooling and CAE technologies. In: RPD 2006 – Rapid Product Development, 2006, Leiria. **Proceedings...**2006.
- PHILLIPS, R., HERBERT, G., NEWS, J., WOLKOWICZ, M. High modulus polypropylene: effect of polymer and processing variables on morphology and properties. **Polym. Eng. Sci.** v. 34, p. 1731-1743, 1994.
- PLUTA, M.; BARTCZAK, Z.; GALESKI, A. Changes in the morphology and orientation of bulk spherulitic polypropylene due to plane-strain compression. **Polymer**, v.41, p. 2271–2288, 2000.
- POLOSKY, Q.F.; MALLOY, R.; STACER, R. A mechanical property performance comparison for plastics parts produced in epoxy tool and conventional steel tooling. In: ANTEC, 1998, Atlanta. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 1998, p.2972-2976.
- PONTES, A.J., OLIVEIRA, M.J., POUZADA, A.S. Studies on the influence of the holding pressure on the orientation and shrinkage of injection molded parts **Proceedings** of 60th annual meeting of the Society of Plastics Engineers. San Francisco, 2002.
- PONTES, A.J.; OLIVEIRA, M.J.; POUZADA, A.S. Como a pressão de compactação influencia as dimensões de peças injetadas. **Plástico Industrial**, São Paulo, n. 63, p. 60-70, nov. 2003.
- POTSCH, G.; MICAHÉLI, W. **Injection Molding**. Munich: Hanser, 1995.
- RADSTOK, Eric. **Rapid Tooling**. Rapid Prototyping Journal, MCB University Press, v. 5, n°. 4, p. 164-168. 1999.
- RAHMATI, S.; DICKENS, P. Rapid tooling analysis of Stereolithography injection mould tooling. **Machine Tools & Manufacturing**, article in press, 2006.
- RAHMATI, S.; DICKENS, P. Stereolithography for injection mould tooling. **Rapid Prototyping Journal**, v. 3, n. 2, p. 53-60, 1997.
- REINERT, A. F. **Estudo da influência da pressão de recalque na moldagem por injeção de POM em moldes fabricados por estereolitografia**. 2005. Dissertação (mestrado). Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.
- RIBEIRO JR, Armando S. **Utilização de Ferramentas CAE no Projeto de Insertos Providos de Gavetas e Fabricados por Estereolitografia**. 1999. Proposta de Tese. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.
- RIBEIRO JUNIOR, A. S. **Proposta de utilização de ferramentas CAE no planejamento do processo de moldagem por injeção de termoplásticos em moldes de estereolitografia**. 2003. 133 f. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.
- ROSATO, Don. V.; ROSATO, Dom. V. **Injection Molding Handbook**. London: Chapman & Hall, 1994.
- RUEDA, D.R.; BALTA-CALLEJA, F.J.; GARCIA-PENA, J.; WARD, I.M.; RICHARDSON, A. Anisotropy of ultra-high modulus polymers drawn through a die. **Journal of Materials Science**, v.19, p. 2615-2621, 1984.
- RUEDA, D.R.; BAYER, R.K.; BALTA-CALLEJA, F.J.; ZACHMANN, H.G. Microhardness and mechanical anisotropy of elongational flow injection molded polyethylene. **J. Macromol. Sci. Phys.**, v. B28, n.2, p. 267-284, 1989.

- SABINO NETTO, A.C. **Uso de materiais compósitos orientados magneticamente na fabricação rápida por vazamento de insertos para moldagem por injeção de peças de plástico com geometria complexa.** 2005. Proposta de Tese. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.
- SAIU, M.; BRUCATO, V.; PICCAROLO, S.; TITOMANLIO, G. Injection molding of iPP. An integrated experimental investigation. **International Polymer Processing**, v.2, n.3, p. 267-273, 1992.
- SALMORIA, G.V.; LAFRATTA, F.; BUSATO, F.; PIRES, A.T.N.; AHRENS, C. H. The structure and properties of i-PP and ABS injected in stereolithography molds built with SOMOS 7110 resin. In: Polymer Processing Society-2004 Americas Regional Meeting, 2004, Florianópolis, 2004.
- SAMIOS, D.; TOKUMOTO, S.; DENARDIN, E.L.G. Investigation of the large plastic deformation of iPP induced by plane strain compression: Stress-strain behavior and thermo-mechanical properties. **International Journal of Plasticity**, v.22, p. 1924-1942, 2006.
- SAURKAR, S., MALLOY, R., MCCARTHY, S. Rapid tooling: a study if different cooling techniques for mold inserts used in the direct AIM (ACES injection molding) process. In: ANTEC, 1999, New York. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 1999.
- SCHARNOWSKI, D. **Characterisation of the influence of cooling rates on structure and properties of dynamic vulcanizates.** 2005. Dissertation (Dr.-Ing.). Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle.
- SCHRAUWEN, B., BREEMEN, L., SPOELSTRA, A., GOVAERT, L., PETERS, G., MEIJER, H. Structure, Deformation, and Failure of Flow-Oriented Semicrystalline Polymers. **Macromolecules**, v. 37, p. 8618-8633, 2004.
- SEGAL, J.I., CAMPBELL, R.I. A review of research into the effects of rapid tooling on part properties. **Rapid Prototyping Journal**, v. 7, n. 2, p. 90-98, 2001.
- SEGUELA, R. Dislocation approach to the plastic deformation of semicrystalline polymers: Kinetic aspects for polyethylene and polypropylene. **Journal of Polymer Science. Part B. Polymer Physisc.** v. 40, p. 593-600, 2002.
- SELDÉN, R. Thin wall molding of engineering plastics – A literature survey. **Journal of Injection Molding Technology**, n. 4, v.4, p. 159-166, 2000.
- SJÖNELL, Y.; TERSELIUS, B.; JANSSON, J.F. Injection molding of polypropylene discs. I: effect of holding pressure on orientation distribution. **Polymer Engineering and Science**, v.35, p. 950-956, 1995.
- SONG, M.C. *et al.* Research on effects of injection process parameters on the molding process for ultra-thinwall plastic parts, **J. Mater. Process. Tech.**, article in press, 2007.
- STERN, C. **On the performance of polypropylene.** Between synthesis and end-use properties. 2005. Thesis (PhD). University of Twente, Enschede.
- STEVENSON, J.F.; DUBIN, A. Optimizing performance and processing of nylon 6 in thin wall injection molding applications. **Journal of Injection Molding Technology**, n. 4, v.3, p. 181-193, 1999.
- STREBEL, J.J.; MIRABELLA, C.; BLYTHE, C.; PHAM, T. Injection molding of automotive TPO – a multilayer composite structure of varied orientations. **Polymer Engineering and Science**, v. 44, n. 8, p. 1588-1593, 2004.
- SUZANO Petroquímica. **Polibrasil XM6150K. Polipropileno homopolímero.** 2005.

- SWARTJES, F.H.M. **Stress Induced Crystallization in Elongational Flow**. 2001. Thesis (Doctorate). Technische Universiteit Eindhoven, Eindhoven.
- TANTAKOM P., SCHOTT, N.R. Processing strategies for thin wall injection molding. In: ANTEC, 1998, Atlanta. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 1998.
- TRANCHIDA, D.; PICCAROLO, S. Relating morphology to nanoscale mechanical properties: from crystalline to mesomorphic iPP. **Polymer**, v. 46, p. 4032–4040, 2005.
- TRANCHIDA, D.; PICCAROLO, S.; SOLIMAN, M. Nanoscale Mechanical Characterization of Polymers by AFM Nanoindentations: Critical Approach to the Elastic Characterization. **Macromolecules**, v. 39, p. 4547–4556, 2006.
- TROTIGNON, J.-P.; VERDU, J. Effect of the holding pressure on the skin-core morphology of injection-molded polypropylene parts. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 39, p. 1215–1217, 1990.
- TROTIGNON, J.-P.; VERDU, J. Skin-core structure-fatigue behavior relationships for injection-molded parts of polypropylene. I. Influence of molecular weight and injection conditions on the morphology. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 34, p. 1–18, 1987.
- VELASCO, J.I.; MORHAIN, C.; MARTÍNEZ, A.B.; RODRÍGUEZ-PÉREZ, M.A.; DE SAJA, J.A. The effect of filler type, morphology and coating on the anisotropy and microstructure heterogeneity of injection-moulded discs of polypropylene filled with aluminium and magnesium hydroxides. Part 1. A wide angle X-ray diffraction study. **Polymer**, v.43, p. 6805–6811, 2002.
- VIANA, J.C, CUNHA, A.M., BILLON, N. The thermomechanical environment and the microstructure of an injection moulded polypropylene copolymer. **Polymer**, v. 43, p. 4185–4196, 2002.
- VIANA, J.C. Development of the skin layer in injection moulding phenomenological model. **Polymer**, v. 45, p. 993–1005, 2004.
- VIANA, J.C.; BILLON, N; CUNHA, A.M. The thermomechanical environment and the mechanical properties of injection moldings. **Polymer Engineering and Science**, v. 44, n.6, p. 1522–1533, 2004.
- VIANA, J.C.; CUNHA, A.M.; BILLON, N. The effect of the skin thickness and spherulite size on the mechanical properties of injection moldings. **Journal of Materials Science**, v. 36, p. 4411–4418, 2001.
- VIANA, J.C.; CUNHA, A.M.; BILLON, N. The thermomechanical environment and the microstructure of an injection moulded polypropylene copolymer. **Polymer**, v. 43, p. 4185–4196, 2002.
- VOLPATO, N.; DERENIEVICKI FILHO, O. Usinagem de resinas para ferramental rápido. **Revista Máquinas e Metais**, São Paulo, v. 1, n. 484, p. 66–83, 2006.
- WANG, T.-H.; YOUNG, W.-B. Study on residual stresses of thin-walled injection molding. **European Polymer Journal**, v. 41, p. 2511–2517, 2005. WEISS, K. Secrets of Successful Thin-Wall Molding. **Plastics Technology**, article on-line, 2007. Disponível em: <http://www.ptonline.com/articles/200202ts1.html>. Acesso em: 17 jan. 2007.
- WENIG, W.; STOLZENBERGER, C. The influence of molecular weight and mould temperature on the skin-core morphology in injection-moulded polypropylene parts containing weld lines. **Journal of Materials Science**, v. 31, n. 9, p. 2487–2493, 1996.
- WIMBERGER-FRIEDL, R. The assessment of orientation, stress and density distributions in injection-molded amorphous polymers by optical techniques. **Progress in Polymer Science**, v.20, p. 369–401, 1995.



- WOHLERS, T. **Rapid prototyping & tooling state of the industry annual worldwide progress report**. Colorado: Wohlers Associates Inc., 2002.
- WOLF, B. Inference of mechanical properties from instrumented depth sensing indentation at tiny loads and indentation depths. **Cryst. Res. Technol.**, v.35, n.4, p. 377-399, 2000.
- WRIGHT, D.G.M.; DUNK, R.; BOUVART, D.; AUTRAN, M. The effect of cristallinity on the properties of injection moulded polypropylene and polyacetal. **Polymer**, v.29, p.793-796, 1988.
- Y.K. SHEN, S.L. YEH, S.H. CHEN, Three-dimensional non-newtonian computations of micro-injection molding with the finite element method, **Int.Comm. Heat Mass Transfer**, v. 29, n.5, p. 643–652, 2002.
- YANÉZ, F.A.V. **Moldes rápidos fabricados por vazamento de resina epoxi/alumínio: Investigações sobre o processo de fabricação e o desempenho termomecânico durante a injeção de termoplásticos**. 2005. Dissertação (Mestrado). Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.
- YAO D.; KIM, B. Thin-wall injection molding using rapidly heated molds. In: ANTEC 2003, Nashville. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 2003.
- YIU, L.; KOH, C.G.; LEE, L.J., KOELLING, K.; MADOU, M.J. Experimental investigation and numerical simulation of injection molding with micro-features, **Polym. Eng. Sci.** v. 42. n.5, p. 871–888, 2002.
- YU, L.; JUANG, Y.J; KOELLING, K.W.; LEE, J. Thin wall injection molding of thermoplastic microstructures. In: ANTEC, 2000, Orlando. **Proceedings...** Brookfield: Society of Plastics Engineering, 2000.
- ZHU, P-W., EDWARD, G. Morphological distribution of injection-moulded isotactic polypropylene a study of synchrotron small angle X-ray scattering. **Polymer**, v. 45, p. 2603-2613, 2004.
- ZIA, Q.; ANDROSCH, R.; RADUSCH, H.J., PICCAROLO, S.; Morphology, reorganization and stability of mesomorphic nanocrystals in isotactic polypropylene. **Polymer**, v.47, p. 8163-8172, 2006.
- ZIPPER, P.; JÁNOSI, A.; GEYMAYER, W.; INGOLIC, E.; FLEISCHMANN, E. Comparative X-ray scattering, microscopical and mechanical studies on rectangular plates injection molded form diferente types of isotactic polypropylene. **Polymer Engineering and Science**, v. 36, n. 4, p. 467-482, 1996.
- ZUIDEMA, H. **Flow induced crystallization of polymers. Application to injection molding**. 2000. Thesis (Doctorate). Technische Universiteit Eindhoven, Eindhoven.

## 11 LISTA DE PUBLICAÇÕES

1. CAVALHEIRO, A.Z.; LA CARRUBBA, V.; PICCAROLO, S; SALMORIA, G.V. ; AHRENS, C. H. Comparison of thin-wall injection moulding of isotactic polypropylene in standard steel tool and rapid epoxy tooling. In: Polymer Processing Society 23rd Annual Meeting, 2007, Salvador. **Proceedings...**2007.
2. CAVALHEIRO, A.Z.; AHRENS, C. H.; SALMORIA, G.V. Uma análise sobre as possibilidades de uso de moldes fabricados por estereolitografia. *Plástico Industrial*, Editora Aranda, São Paulo (Br), v. VIII, n. 92, p. 206-221, 2006.
3. CAVALHEIRO, A.Z.; LUZIO, A.; LA CARRUBBA, V.; TRANCHIDA, D.; SALMORIA, G.V. ; AHRENS, C. H. ; PICCAROLO, S. Injection moulding of thin and thick iPP parts in epoxy and steel moulds: a comparative study on structure development. In: 8 Convegno Nazionale AIMAT, 2006, Palermo (Itália). **Proceedings...**2006.
4. PEIXOTO, F.L.; CAVALHEIRO A. Z.; SALMORIA, G.V.; AHRENS, C. H.; FASCIN, H. M.; HILDEBRAND, C. P. Thin wall plastic part design assisted by rapid tooling and CAE technologies. In: RPD 2006 – Rapid Product Development, 2006, Leiria. **Proceedings...**2006.
5. CAVALHEIRO, A. Z.; AHRENS, C. H.; SALMORIA, G. V.. Utilização de moldes fabricados por estereolitografia na moldagem por injeção de termoplásticos: análise crítica e perspectivas futuras. In: III Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, 2005, Joinville. **Anais...**, 2005.
6. HILDEBRAND, C. P; CAVALHEIRO, A. Z.; SALMORIA, G.V.; AHRENS, C.H. Influência dos parâmetros de processo nas propriedades de peças injetadas em moldes não metálicos. In: XII CONGRESSO NACIONAL DE ESTUDANTES DE ENGENHARIA MECÂNICA, 2005, Ilha Solteira. **Anais...**, 2005.

## ANEXO A - CARACTERIZAÇÃO DE PROPRIEDADES DO POLIPROPILENO INJETADO VIA ENSAIOS DE NANOENDENTAÇÃO E MICRODUREZA

### A1. Introdução

A metodologia experimental original do trabalho previa o mapeamento das propriedades mecânicas das peças injetadas em aço e epóxi por meio de ensaios de microdureza e nanoendentação via microscopia de força atômica (AFM). Esse estudo integrou o plano de trabalho do estágio de doutorado financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e realizado no Departamento de Engenharia Química dos Processos e dos Materiais (DICPM) da Università degli Studi di Palermo (UNIPA), Palermo, Itália.

O trabalho desenvolvido no DICPM/UNIPA envolveu o mapeamento do perfil de microdureza na espessura de amostras injetadas em aço e epóxi, que foram selecionadas com base nas condições de injeção que pressupunham extremos de espessura da pele. Os resultados foram comparados com ensaios de difração de raios-X de alto ângulo (WAXD) e densidade obtida em coluna com gradiente.

### A2. Nanoendentação via microscopia de força atômica (AFM)

A microscopia de força atômica é conhecida como uma técnica de obtenção de imagens para estudo de superfícies, concorrente ou complementar à microscopia eletrônica (CANEVAROLO, 2004). Estudos e análises quantitativas do comportamento mecânico dos materiais em escala nanométrica, tornaram-se possíveis com o auxílio de modelos de contato micromecânico. Usando o microscópio AFM como nanoendentador, os recentes trabalhos de TRANCHIDA E PICCAROLO (2005) e TRANCHIDA *et al.* (2006) mostraram resultados que abrem a possibilidade do uso dessa técnica como ferramenta para o mapeamento estrutural e relacionamento entre parâmetros operacionais e propriedades mecânicas.

O princípio de funcionamento do AFM é mostrado na figura 1. A amostra é fixada sobre uma plataforma de cerâmica piezoelétrica (*scanner*), que se movimenta nas direções  $xy$  (plano da superfície da amostra) e  $z$  (vertical). Para endentar, a plataforma piezoelétrica desloca-se no eixo  $z$ , em direção à haste (*cantilever*) em cuja ponta encontra-se a agulha endentadora. O equipamento registra a posição  $z$  da plataforma piezoelétrica e a carga aplicada ( $F$ ), gerando uma curva de força para a penetração e outra para o recuo (ver figura 2). A profundidade de penetração ( $h$ ) é dada pela diferença entre a posição da plataforma piezoelétrica e a deformação da haste ( $D$ ), medida indiretamente pela diferença de potencial ( $dp$ ) gerada pela reflexão do laser incidente na agulha sobre um fotodiodo de quatro quadrantes. A relação entre  $dp$  e  $D$  é calibrada

com endentações sobre uma superfície dura. Como, neste caso, a haste se deforma, mas não penetra a amostra, o valor  $D$  é igual ao deslocamento  $z$ , registrado pelo controlador.

A nanodureza pode ser definida como a pressão média de contato. Portanto, através de uma constante relativa à geometria do endentador, é proporcional à razão da carga aplicada e do quadrado da profundidade de penetração (WOLF, 2000). Deve ser notado que o significado da nanodureza é diferente da microdureza, uma vez que é uma grandeza determinada sob carga máxima, não pela leitura das dimensões de uma impressão residual deixada pelo endentador. Assim, a nanodureza não é relacionada somente às propriedades plásticas do material, como a microdureza, mas também às propriedades elásticas, como mostra a figura 2.

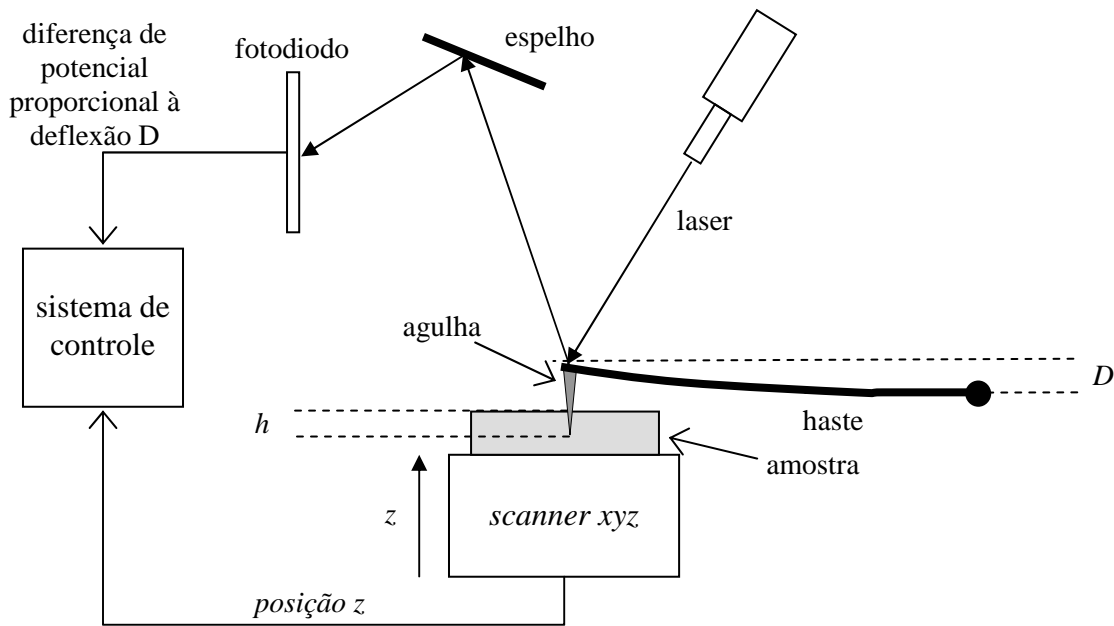


figura 1. Esquema do princípio de funcionamento do microscópio de força atômica.

Assim, a nanodureza ( $NH$ ) é dada pela equação 1, onde  $F$  é a carga aplicada e  $h$  é a profundidade de penetração.

$$NH = \frac{F}{h^2} \quad [\text{MPa}] \quad \text{eq. 1}$$

O módulo de elasticidade é determinado pela equação 2, proposta por Sneddon (TRANCHIDA E PICCAROLO, 2005), onde  $F$  é a carga aplicada,  $R$  é o raio de curvatura da ponta,  $h$  é a profundidade de penetração e  $\nu$  é o Coeficiente de Poisson do material ensaiado.

$$E = \frac{3(1-\nu)}{4} \frac{F}{R^{1/2} h^{3/2}} \quad [\text{MPa}] \quad \text{eq. 2}$$

Estudos de TRANCHIDA E PICCAROLO (2005) e TRANCHIDA *et al.* (2006) mostram que o módulo elástico obtido via nanoendentação é comparável ao tradicionalmente determinado por ensaios de tração quando a velocidade de penetração da ponta (agulha) é comparável com a

taxa de deformação do corpo de prova de tração. A velocidade de penetração da ponta é controlada por uma frequência programável para o movimento longitudinal (eixo z) da plataforma piezoelétrica. Segundo TRANCHIDA E PICCAROLO (2005), a frequência de 10 Hz é a que melhor ajusta os resultados da nanoindentação com os ensaios de tração.

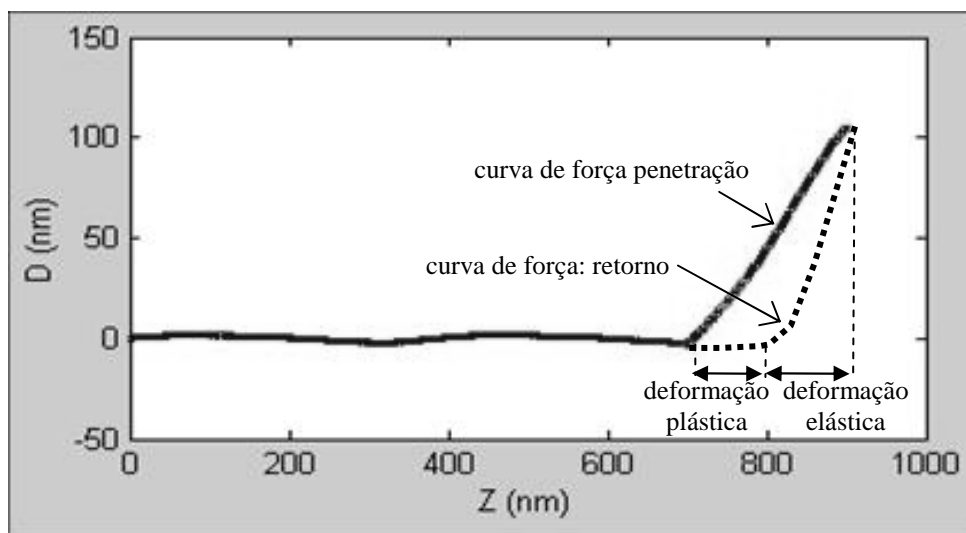


figura 2. Curva de força traçada durante ensaio de nanoindentação via AFM. O eixo Y representa a deformação da haste (proporcional à força aplicada) e o eixo X é a posição z da plataforma piezoelétrica.

### A3. Procedimentos de caracterização

Os procedimentos empregados para os ensaios de microdureza e nanoindentação são descritos nesta seção. Os procedimentos usados nos ensaios de densidade e WAXD estão descritos no Capítulo 5. A preparação das amostras é mostrada na figura 3.

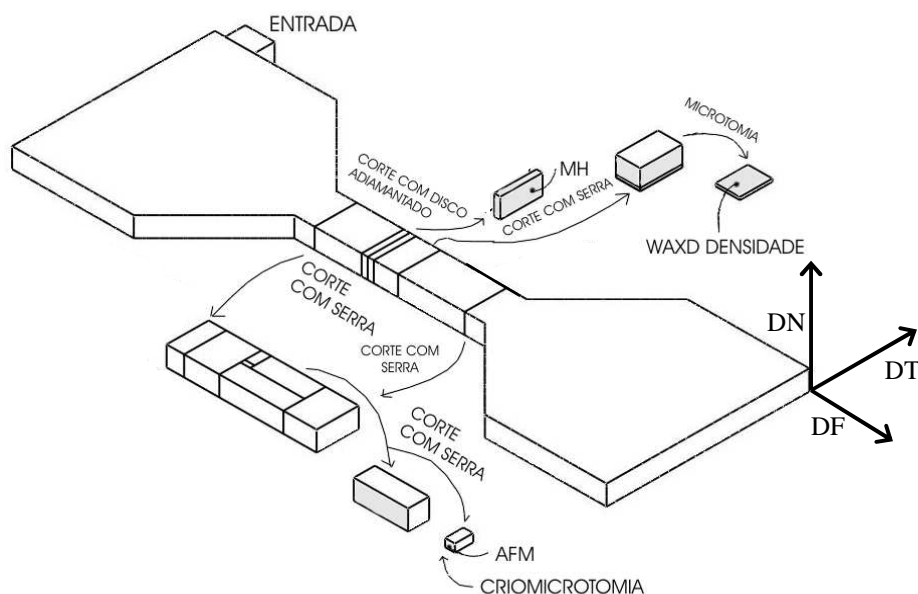


figura 3. Preparação das amostras para os ensaios de microdureza, nanoindentação, densidade e WAXD a partir das peças de paredes espessas injetadas em aço e epóxi.

### A3.1 Ensaios de microdureza

Verificou-se a microdureza ao longo da espessura de peças de parede espessa. A propriedade foi determinada por meio de microendentador Vickers padrão, com o equipamento ANTON PAAR do DICPM/UNIPA.

Conforme mostrado na figura 3, foram cortadas amostras de espessura de 200 µm, tanto paralelas ao plano DN-DT (seção transversal) quanto paralelas ao plano DF-DN (paralelo ao fluxo). A superfície das amostras foi polida sucessivamente com lixa 600 e alumina 3 e 0,5 µm e, então, recoberta com uma fina camada de ouro, de modo a melhorar a identificação das bordas da impressão residual. Os parâmetros de endentação, mostrados na tabela 1, foram definidos durante ensaios preliminares. Embora cargas menores pudessem aumentar a resolução lateral do ensaio, forças de 0,2 e 0,3 N foram as que resultaram em condições ideais de medição das diagonais ( $d_1$  e  $d_2$ ) da impressão residual na tela do monitor conectado à câmera do microscópio.

A microdureza (MH) foi calculada de acordo com equação 6.10 (BALTÁ-CALLEJA, 1985), onde 1,854 é a constante geométrica do endentador,  $F$  é a força aplicada (em N) e  $A_c$  é a área de contato residual, dada pela multiplicação de  $d_1$  e  $d_2$ .

$$MH = 1,854 \cdot \frac{F}{A_c} \quad [\text{MPa}] \quad \text{eq. C.1}$$

Como ilustra a figura 4, cerca de 10 endentações foram feitas ao longo de 3 a 5 linhas paralelas à direção da espessura (DN). A distância  $D$  entre duas endentações consecutivas foi fixada em aproximadamente 270 µm, uma vez que a literatura recomenda um intervalo mínimo de três vezes a diagonal  $d$  da impressão residual (RUEDA *et. al.*, 1984; FLORES *et al.*, 1998). A primeira endentação em cada linha foi feita a 270 µm da borda. Posteriormente, endentações adicionais foram feitas a uma distância menor da borda, no intervalo entre duas linhas consecutivas.

tabela 1. Parâmetros usados para endentação nos ensaios de microdureza.

amostras ensaiadas	superfície endentada	força máxima aplicada (N)	tempo de permanência sob carga máxima (s)	rampa de força (N/s)
E30HHHL, S30HHHL E30LLHL S30III, E30III	plano DN-DT	0,2	18	1
E30HHHL, S30HHHL	plano DF-DN	0,3	6	1

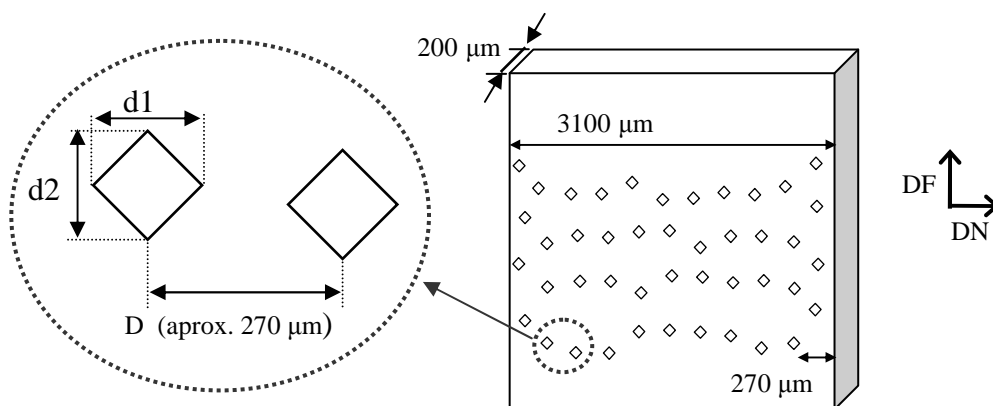


figura 4. Esquemática dos ensaios de microdureza.

### A3.2 Ensaios de nanoindentação em microscópio de força atômica (AFM)

Uma vez que as penetrações tem escala nanométrica, superfícies muito lisas são fundamentais para o sucesso desta técnica. Assim, uma camada de 10  $\mu\text{m}$  foi removida das superfícies de trabalho por meio de um micrótomo criogênico (na Martin-Luther-Universität, Halle-Wittenberg, Alemanha). Por limitações do equipamento, o corte pôde ser feito ao longo de apenas 1 mm, o que obrigou as amostras provenientes das peças de paredes espessas a serem diminuídas de aproximadamente 2 mm, como mostrado na figura 3. Assim, o mapeamento de nanodureza sobre o plano DF-DN atinge apenas 1000  $\mu\text{m}$  abaixo da superfície moldada.

As endentações foram executadas em um microscópio de força atômica DIGITAL INSTRUMENTS NANOSCOPE IIIA CONTROLLER, equipado com uma haste (*cantilever*) de silício, com constante de mola ( $K_m$ ) nominal de 40 N/m, e agulha endentadora com raio de ponta nominal entre 5 e 10 nm. Os ensaios foram realizados em modo de contato intermitente (*tapping mode*). Carga nominal de 2,8  $\mu\text{N}$  e frequência de 10 Hz. O mapeamento da nanodureza ao longo da espessura foi realizado com incrementos de 50  $\mu\text{m}$ , a partir do ponto mais próximo possível à borda da amostra (equivalente à superfície da peça injetada). Em cada ponto, foi executada uma matriz de 2 x 3 a 4 x 3 endentações, espaçadas entre si de 1 a 2  $\mu\text{m}$ .

Ao contrário do convencional, o incremento na direção DN era obtido pela rotação do parafuso de posicionamento lateral do porta-haste, já que a plataforma piezoelétrica onde o porta-amostra é fixado não permitia movimentos laterais da ordem de 100  $\mu\text{m}$ . Uma escala foi improvisada no parafuso, de modo a permitir incrementos aproximadamente constantes. Assim, o incremento na direção DN pôde ser apenas grosseiramente estimado em 50  $\mu\text{m}$ .

As curvas de força registradas pelo controlador do AFM foram exportadas para o *software* MATLAB 6.1, onde uma rotina especificamente desenvolvida os cálculos de módulo e nanodureza foram automatizados por uma rotina especificamente desenvolvida para permitir alteração manual dos dados de entrada, ajustar automaticamente os dados experimentais ao

modelo de Sneddon, calcular os valores de E e NH (conforme as equações 5.10 e 5.11) e apresentar graficamente os resultados. Os resultados de E e NH para cada zona são a média de 6 a 12 endentações consecutivas da matriz, como mostra a figura 5.

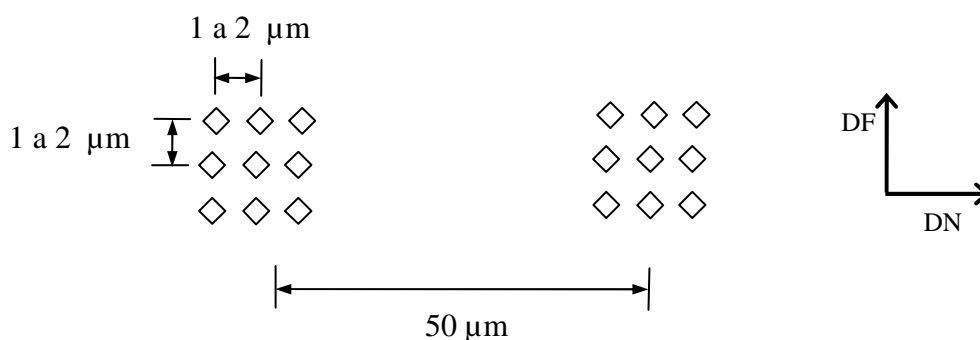


figura 5. Esquematisação do ensaio de nanoendentação.

#### A4. Resultados e discussão

##### A4.1 Resultados dos ensaios de microdureza

Sendo a microdureza (MH) dos polímeros semicristalinos proporcional à fração volumétrica de material cristalino (BALTÁ-CALLEJA, 1994), os ensaios visaram ao mapeamento da distribuição estrutural através da espessura e correlação com as propriedades mecânicas.

Por apresentarem extremos de espessura da pele, inicialmente selecionou-se as amostras injetadas sob as condições HHHL (02 e 18) e LLHL (04 e 20). As endentações executadas sobre a seção transversal (plano DT-DN) não produziram resultados satisfatórios, pois a dispersão dos dados foi muito grande e não permitiu o reconhecimento da variação de MH. O ensaio sobre uma superfície paralela à direção do fluxo (plano DF-DN) produziu resultados melhores, mas ainda prejudicados pela dispersão das medições.

A distribuição de microdureza através da espessura da peça SHHHL(02) é mostrada na figura 6. Desconsiderando-se a dispersão, a microdureza média em cada ponto analisado forma um perfil razoavelmente simétrico, com valores baixos próximo à borda (superfície moldada) e um máximo destacado exatamente na linha média da espessura. Esse perfil é muito semelhante aos resultados reportados por AURREKOETXEA *et al.* (2003). Também sobre a seção central de um corpo de prova de tração com 3 mm de espessura, os autores observaram os mínimos de MH nas bordas e os máximos, muito bem definidos, em três pontos: na linha média da espessura e a cerca de 500 µm das bordas.



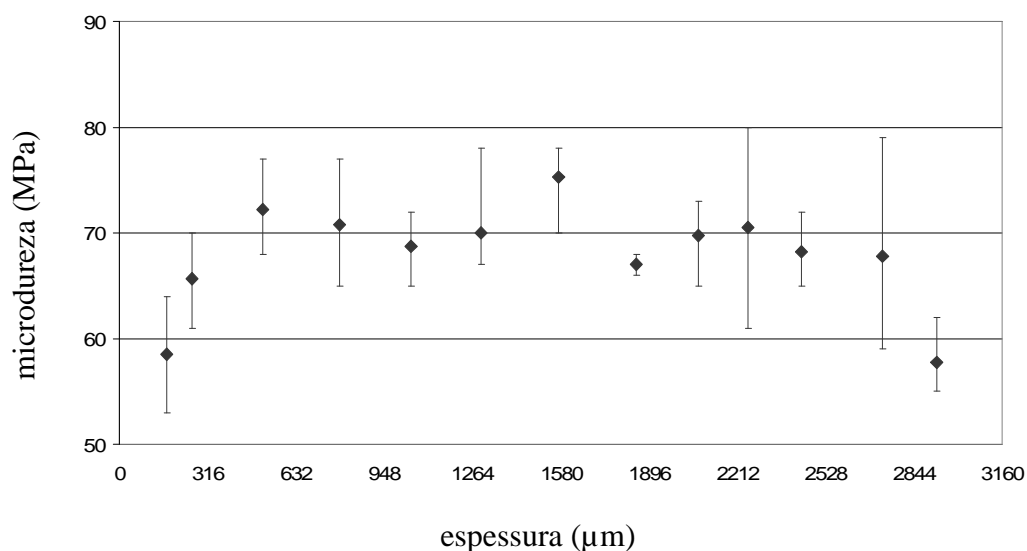


figura 6. Distribuição de microdureza através da espessura da amostra SHHHL(02) em um plano DF-DN cortado do centro da largura da peça injetada.

Os resultados correspondentes para a amostra injetada em epóxi aparecem na figura 7. A dispersão de MH foi ainda maior e não se identifica um perfil variável através da espessura.

Uma vez que a microdureza é uma técnica muito trabalhosa e requer operações de preparação da amostra, e mediante os também apresentaram resultados imprecisos para as outras duas amostras pré-selecionada, as demais amostras não foram submetidas a esse ensaio.

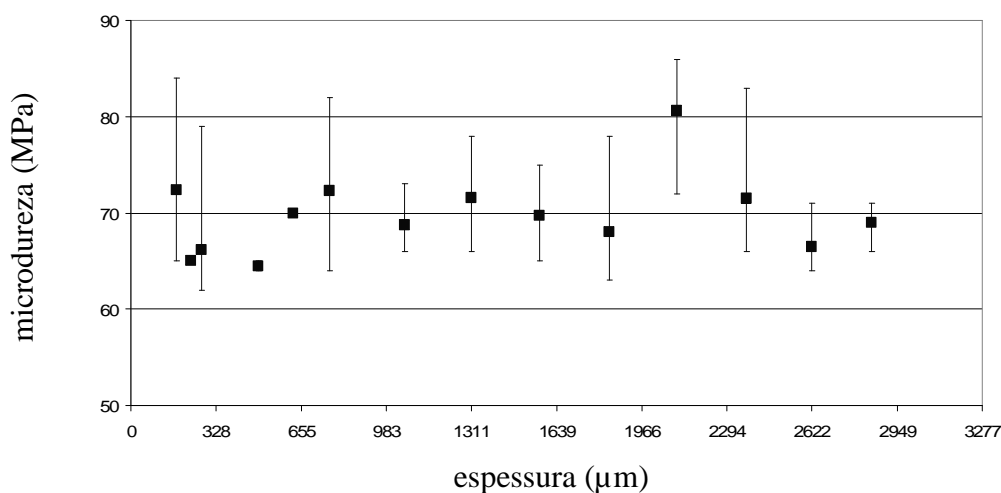


figura 7. Distribuição de microdureza através da espessura da amostra EHHHL(18) em um plano DF-DN cortado do centro da largura da peça injetada.

## A4.2 Resultados dos ensaios de nanoindentação via AFM

### A4.2.1 Considerações iniciais

Conforme referido na seção A3.2, por limitações do micrótomo criogênico, a largura da superfície de ensaio teve de ser reduzida a apenas 1000 μm, correspondentes ao primeiro terço da espessura das peças injetadas. Além disso, em algumas amostras a superfície cortada

apresentou-se muito irregular para a escala nanométrica do ensaio e impediram o mapeamento completo de borda a borda. Cabe ressaltar que o polimento não é recomendado por que provoca modificações morfológicas em intensidade e profundidade suficientes para alterar significativamente os resultados.

As condições experimentais selecionadas foram as mesmas escolhidas para os ensaios de microdureza, HHHL e LLHL. Os resultados são mostrados nas figuras 8 a 11. Antes da análise dos gráficos, duas observações se fazem necessárias:

- Os valores absolutos de nanodureza (NH) não devem ser considerados. A figura 8 mostra que há um flagrante erro de escala nos resultados dos dois mapeamentos (a) e (b) realizados para a mesma amostra SHLLL(02). Apesar de uma extensa investigação, a causa do problema não foi identificada. Conforme conclusões posteriores à execução do trabalho, o problema poderia estar relacionado à um erro de conversão da saída do microscópio decorrente de um *bug* do *software* ou do próprio hardware do sistema de controle. Deste modo, fica impossibilitada a comparação de valores absolutos entre diferentes amostras e perde-se o sentido da caracterização de propriedades como o módulo de elasticidade. Por outro lado, a proporcionalidade dos resultados permite o confronto qualitativo dos perfis de distribuição de nanodureza.
- Há uma considerável dispersão de resultados para as endentações em uma mesma zona, o que prejudica o discernimento das diferenças de NH a longo da faixa de ensaio. Essa questão será detalhada ao final desta seção. A interpretação dos resultados, a seguir, levará em conta o valor médio das endentações nas respectivas zonas.

#### **A4.2.2. Análise dos resultados**

Os dois mapeamentos mostrados na figura 8 mostram um perfil semelhante para a distribuição de NH na amostra SHHHL(02). Partindo-se da borda correspondente à superfície moldada, nota-se os valores mínimos de NH nas duas primeiras zonas. Após a segunda zona (aproximadamente a 70  $\mu\text{m}$  da borda), a NH tende a se elevar, formando um pico por volta dos 150  $\mu\text{m}$ . Na sequência, a NH é reduzida a um nível intermediário, que oscila até as proximidades da outra borda. Nessa região, os dois mapeamentos mostram tendências diversas. Porém, provavelmente devido ao corte da amostra, essa região apresentou uma irregularidade superficial relativamente grande, prejudicando as condições de ensaio. O confronto da distribuição de NH com a distribuição de camadas identificadas por microscopia, revela uma correspondência de resultados na zona 1. A menor nanodureza é coerente com o menor índice de cristalinidade

esperado para uma pele pouco orientada como a da amostra SHHHL(02). Contudo, a análise de microscopia não fornece evidências suficientes que justifiquem um possível pico de cristalinidade na zona 2a, correspondente ao pico de NH verificado por volta dos 150  $\mu\text{m}$ .

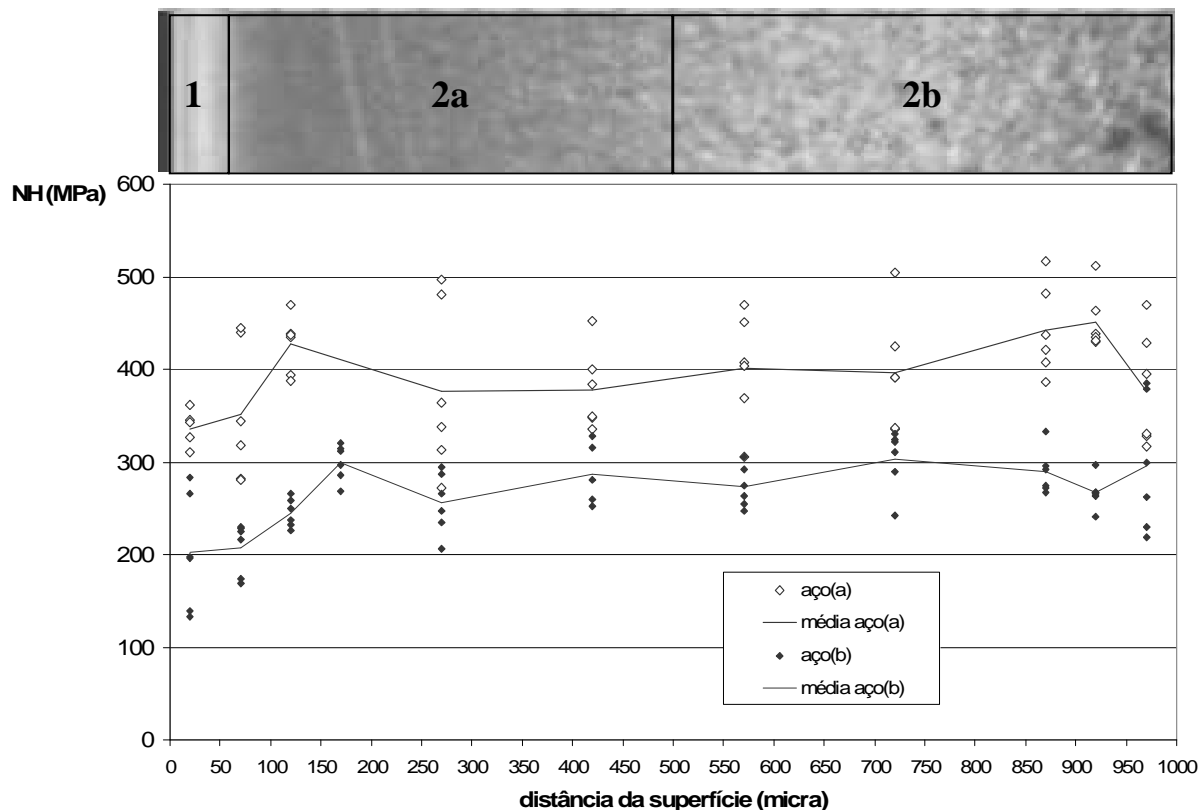


figura 8. Distribuição de nanodureza (NH) através da espessura da amostra SHLL(02). Os dois mapeamentos (a) e (b) foram executados com os mesmos parâmetros operacionais. Os pontos mostram a dispersão de dados e as linhas unem os valores médios em cada zona.

Como mostra a figura 9, a correspondência entre nanodureza e camadas morfológicas é mais nítida na amostra SLLHL(04), que apresenta bem definidas as três subcamadas 1a, 1b e 1c na pele. A zona 1a, em tese menos cristalina, corresponde aos valores mínimos de NH. Os níveis mais altos de NH encontram-se na zona 1c, onde a maior birrefringência sugere o máximo de orientação molecular, e no início da zona 2, logo abaixo da pele.

Em decorrência de problemas operacionais, irregularidades da superfície e grande dispersão de dados, para a amostra EHLL(18) apenas um mapeamento de nanodureza foi considerado satisfatório. Contudo, a figura 10 mostra que a variação da NH média em cada zona é muito pequena.

Para a outra amostra injetada em epóxi, ELLHL(20), a variação de NH zona a zona também foi pequena. Mas, conforme mostra a figura 11, a pequena elevação contínua de NH no início do mapeamento coincide com a zona 1 (não subdividida na figura). Além disso, o mínimo de NH que se verifica em seguida, pode estar relacionado ao mínimo de cristalinidade no início da zona de transição referido por TROTIGNON E VERDU (1987) como resultado da súbita

elevação da temperatura de cristalização decorrente da entrada da pressão de recalque logo após o preenchimento. Um segundo mapeamento foi omitido, para maior clareza do gráfico, mas mostrou as mesmas tendências, divergindo apenas na região próxima à borda cortada.

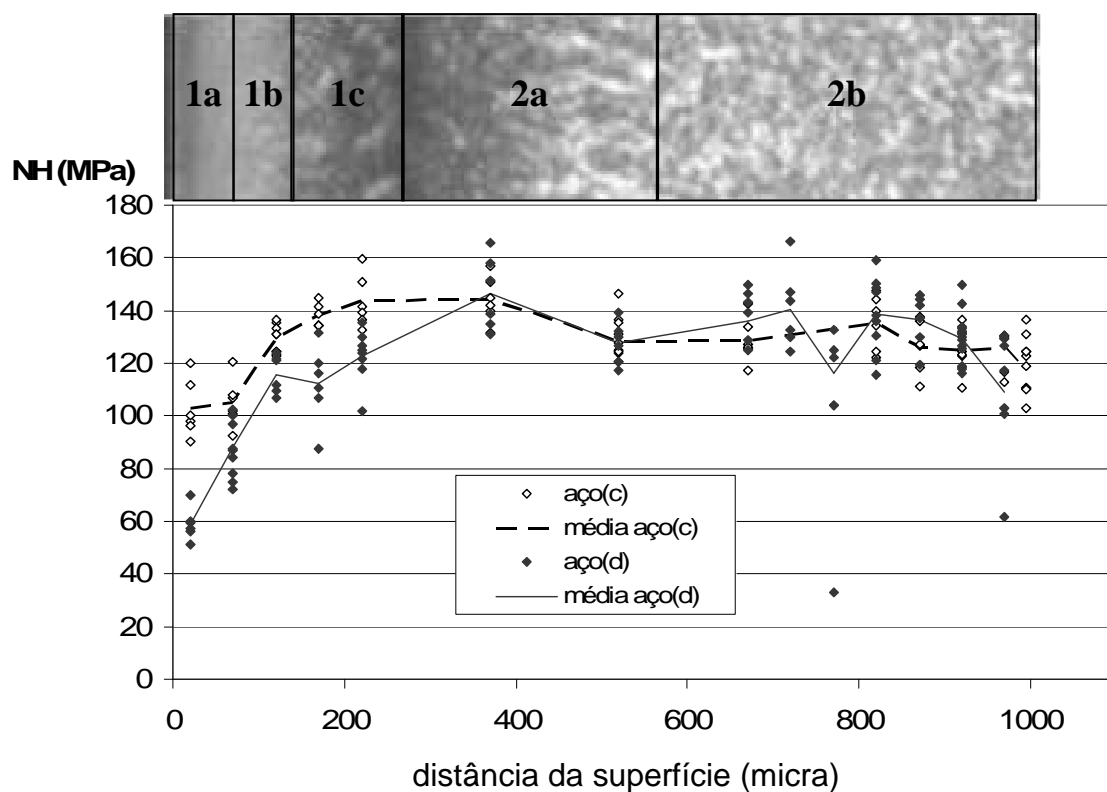


figura 9. Distribuição de nanodureza (NH) através da espessura da amostra SLLHL (04). Os dois mapeamentos (a) e (b) foram executados com os mesmos parâmetros operacionais. Os pontos mostram a dispersão de dados e as linhas unem os valores médios em cada zona.

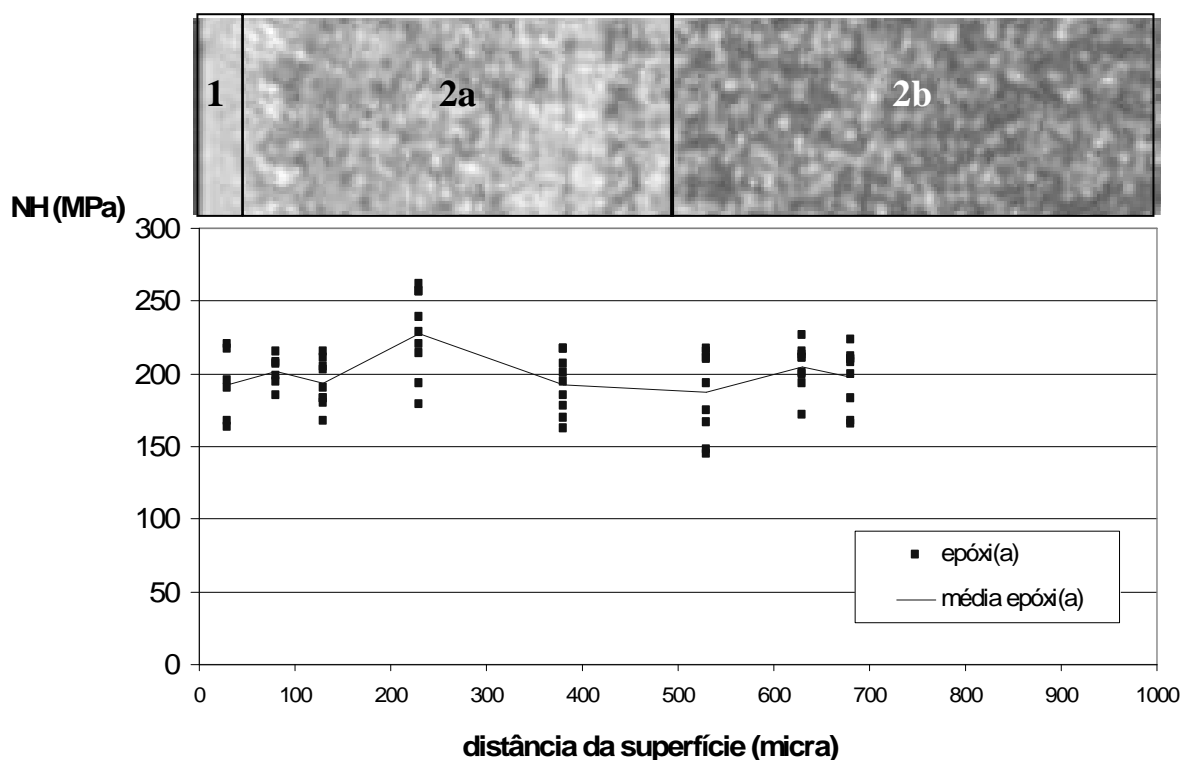


figura 10. Distribuição de nanodureza (NH) através da espessura da amostra EHLLL(18). Os pontos mostram a dispersão de dados e as linhas unem os valores médios em cada zona.

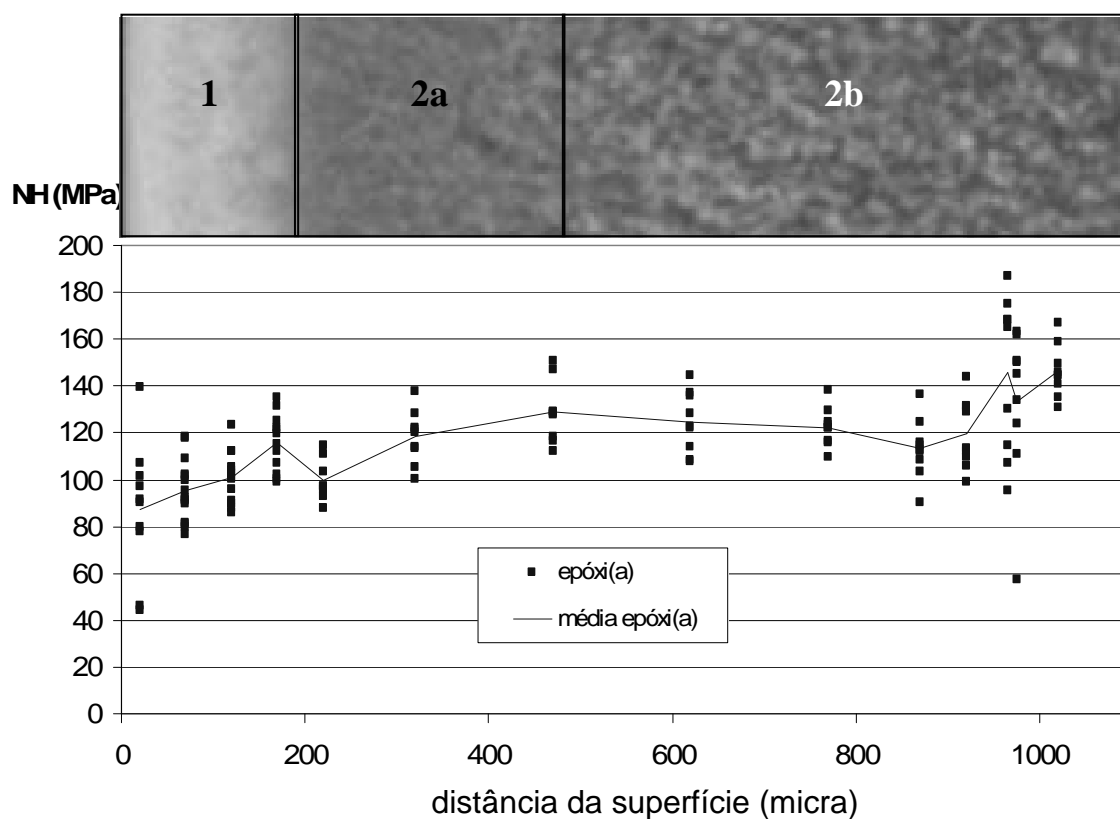


figura 11 Distribuição de nanodureza (NH) através da espessura da amostra ELLHL(20). Os pontos mostram a dispersão de dados e as linhas unem os valores médios em cada zona. A divisão de camadas verificada por microscopia ótica foi adaptada ao gráfico para comparação.

#### A4.4 Comparação de resultados de nanodureza com outras técnicas

A figura 12 compara os resultados de microdureza e nanodureza entre si e com a distribuição da densidade ao longo da espessura dos corpos de prova injetados sob condição HHHL em aço (02).

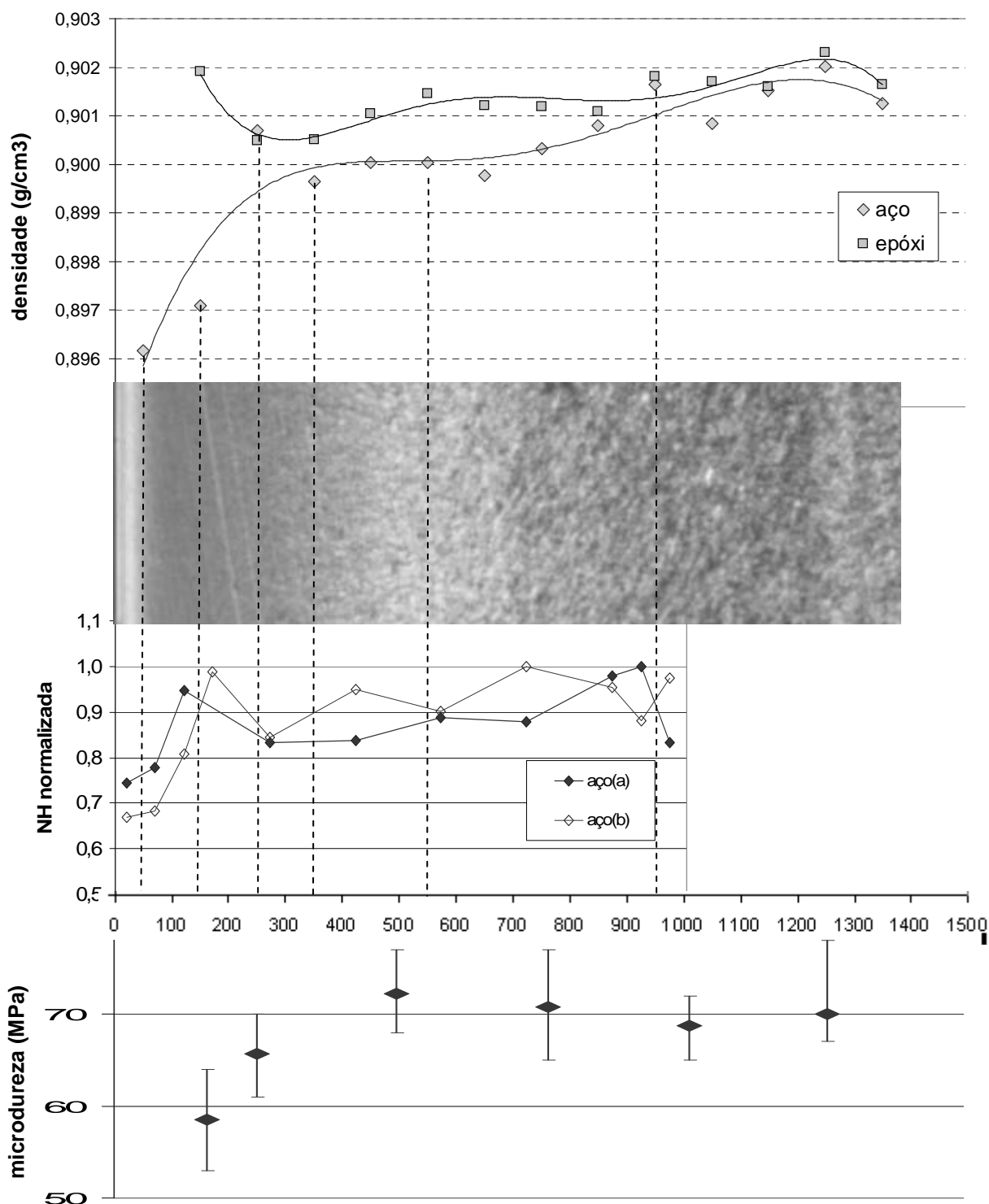


figura 12. Distribuição estrutural ao longo da espessura da peça injetadas sob condição SHHHL(02): comparação dos resultados de microdureza, densidade, microscopia e nanodureza.

Resultados de distribuição de densidade para a amostra EHHHL(18) são mostrados para comparação. Os valores de NH nos ensaios (a) e (b) foram normalizados. A micrografia tem magnificação de 20x.

A densidade das camadas com espessura média de 100  $\mu\text{m}$ , cortadas em micrótomo paralelamente ao plano DF-DT, foi obtida em coluna de gradiente. Semelhantemente aos resultados de SAIU *et al.* (1992), a densidade de SHHHL(02) é menor nas duas camadas mais próximas à superfície. A figura também mostra a distribuição de densidade para o moldado em

epóxi sob mesma condição (EHHHL-18). Embora não se tenha o resultado da primeira camada de 100  $\mu\text{m}$ <sup>1</sup>, pode-se perceber uma maior homogeneidade de densidade ao longo da espessura. Devido a problemas experimentais, o valor absoluto da densidade das camadas neste ensaio deve ser desconsiderado, embora a proporcionalidade dos resultados seja confiável.

Complementarmente, a figura 13 exibe difratogramas de quatro primeiras camadas selecionadas. Os perfis são muito semelhantes, mas há um halo amorfo nitidamente maior na camada 1 da amostra injetada em aço (SHHHL-02), o que é coerente com a menor densidade obtida na coluna.

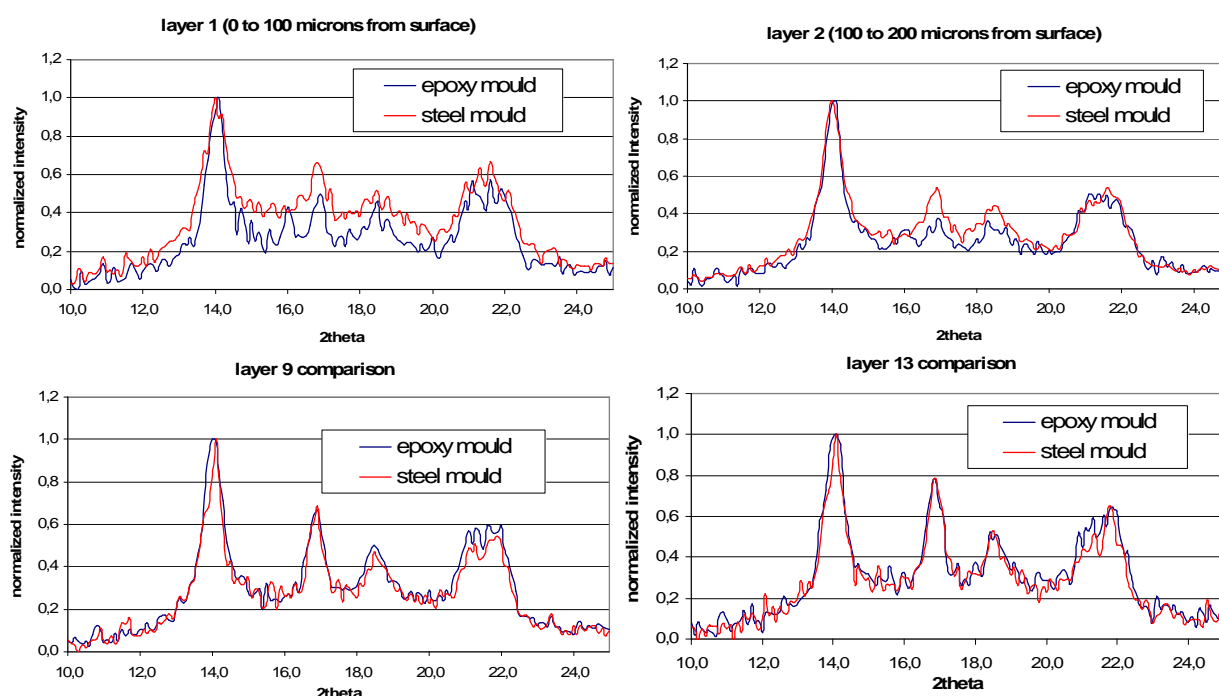


figura 13. Difratogramas obtidos por WAXD para quatro camadas microtomadas das amostras SHHHL(02) e EHHHL(18). Para compensar as pequenas diferenças de espessura das camadas, a intensidade transmitida foi normalizada.

Para comparação dos resultados das técnicas ao longo da distância da superfície, deve-se ressaltar que os valores de micro e nanodureza são realmente pontuais, enquanto o ponto que representa a densidade é apresentado no centro da espessura da camada correspondente. Ou seja, a densidade representa um valor médio da espessura de 100  $\mu\text{m}$  em cada camada. Feita essa consideração, pode-se notar mais facilmente a correspondência entre densidade e NH na figura 12. A aparente discrepância de tendências na faixa de 100 a 300  $\mu\text{m}$  se deve em parte à imprecisão da espessura das camadas e do incremento lateral na operação do AFM. Porém, não a

<sup>1</sup> A amostra foi descartada por problemas experimentais.

uma boa correspondência com os resultados de microdureza. Embora o perfil de distribuição seja semelhante, parece estar deslocado de 150  $\mu\text{m}$  para o interior da amostra.

#### **A5. Considerações sobre a validade da nanoindentação via AFM como técnica de caracterização de propriedades de peças moldadas por injeção**

Afora o já discutido erro de escala, o principal problema enfrentado no emprego desta técnica de caracterização foi a grande dispersão de medidas de NH. A discussão sobre o tema passa por, no mínimo, quatro pontos: a escala nanométrica da técnica, a rugosidade da superfície de trabalho, a preparação da amostra e as propriedades do PP usado no experimento.

A figura 14 é uma imagem feita pelo próprio microscópio de força atômica, com a qual se ilustra a ordem de grandeza da área de contato da agulha endentadora e da área coberta pela matriz de 2 x 3 endentações em uma determinada zona. Disto se conclui que cada endentação do grupo de 6 impressões mostradas na figura poderia ter medido a nanodureza de diferentes estruturas, como uma lamela  $\alpha$ -cristalina, um  $\beta$ -esferulito, uma região de predominância de material amorfo ou mesomórfico, ou ainda uma partícula de carga mineral.

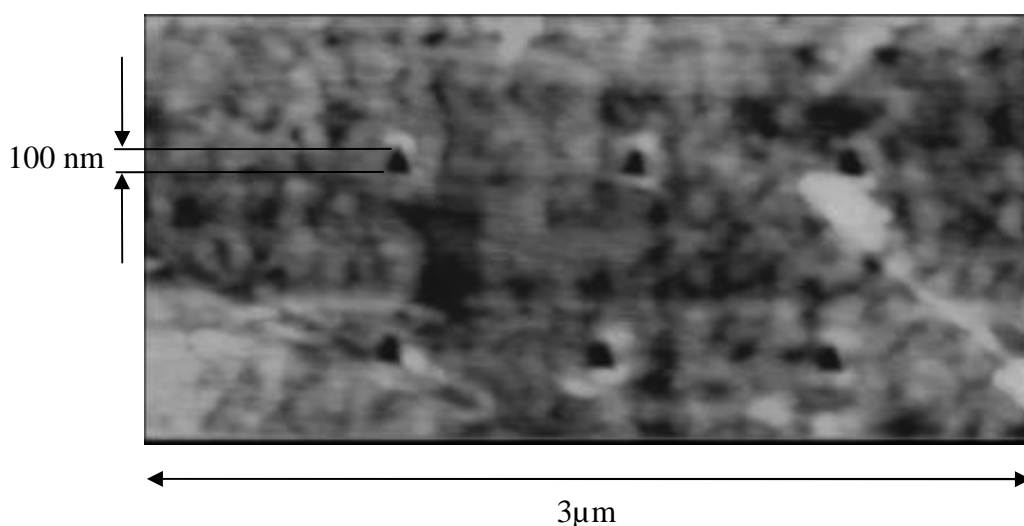


figura 14. Matriz de 2 x 3 endentações mostrada em imagem gerada pelo AFM.

Exemplos da rugosidade da superfície de ensaio são mostradas pela figura 15, que mostra curvas topográficas traçadas pela agulha do AFM. A pequena diferença entre picos e vales de uma região (A) da amostra indica condições ideais para endentação. No entanto, na mesma amostra, uma segunda região (B) apresenta irregularidades de 140 nm, que são da mesma ordem de grandeza da área de contato da agulha. Assim, os resultados podem ser mascarados em função de uma leitura de deformação da haste desproporcional à penetração real.



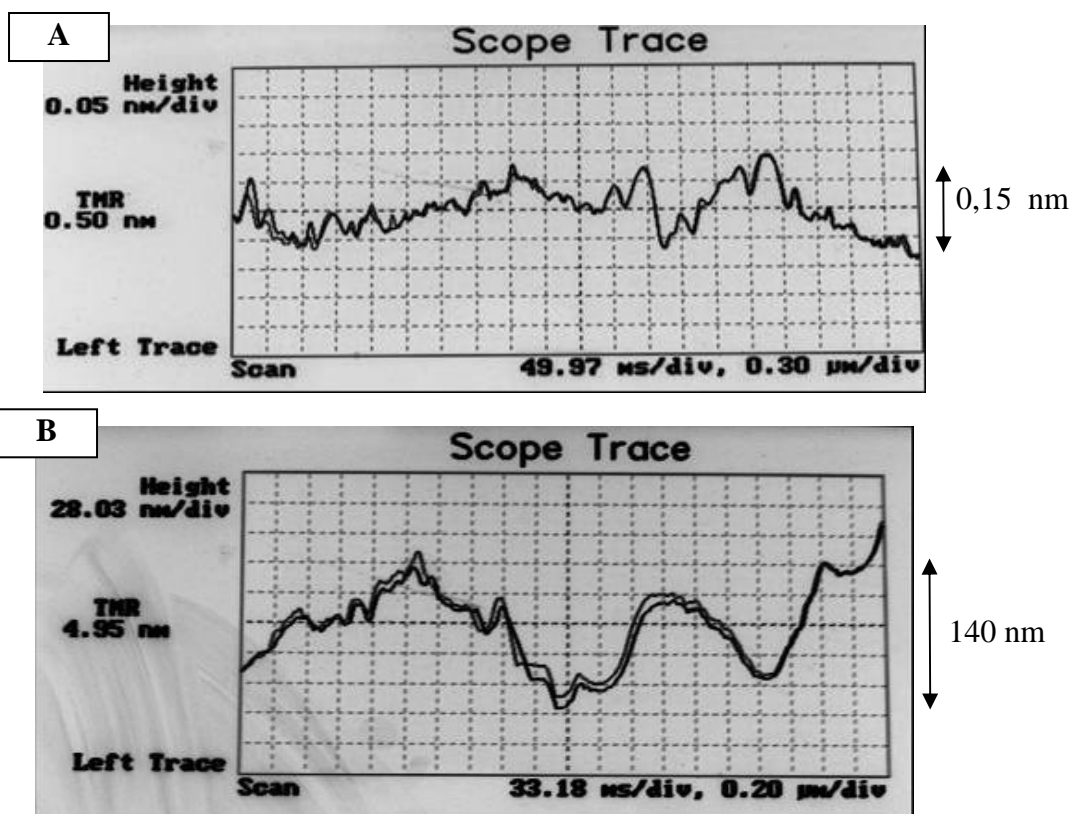


figura 15. Fotografias do monitor do sistema de controle do AFM mostrando as curvas topográficas geradas pela varredura da superfície da amostra pela agulha.

Nos trabalhos desenvolvidos por TRANCHIDA E PICCAROLO (2005) e TRANCHIDA *et al.* (2007) sobre a nanoendatação via AFM, cujos resultados apontam uma ótima correlação com o módulo de elasticidade determinado por ensaios de tração, empregaram amostras produzidas pelo processo controlado de fusão e resfriamento de uma fina lâmina de PP (moldada por compressão) confinada entre duas lamínulas de vidro. As amostras assim preparadas possuem uma microestrutura homogênea, superfície preservada de ação mecânica e com uma rugosidade de uma ordem de grandeza inferior à obtida pelo micrótomo criogênico. Deste modo, os autores adotam como resultado o valor de NH equivalente ao pico de uma distribuição de algumas dezenas de endentações. Para o mapeamento da distribuição estrutural aqui proposto, contudo, o mesmo procedimento seria operacionalmente inviável, e teve-se de extrair o resultado de NH a partir de apenas 6 endentações para a maioria das zonas.

Contudo, mesmo considerando essas fontes de erro, a dispersão de dados ficou acima do esperado. Portanto, é possível que o corte no micrótomo tenha modificado significativamente a superfície das amostras. Efeitos da microtomia sobre orientação molecular e grau de cristalinidade foram observados por COSTA *et al.* (2001).

Finalmente, o alto índice de fluidez (35 g/10 min) sugere que o XM6150K seja um material muito macio em comparação com os *grades* de polipropileno costumeiramente investigados na literatura, especialmente em na escala nanométrica, na qual o efeito da carga

mineral não se faz sentir, a menos que a própria partícula seja endentada. A deformação plástica junto a um lado da borda das impressões residuais, observada na figura 16, denota tanto essa característica do material como uma provável penetração inclinada da agulha, o que por si só já representaria uma fonte de erro na medição. Sendo o material macio, a profundidade de penetração da agulha é relativamente grande, ultrapassando o limite de 100 nm para adequação do modelo de Sneddon (TRANCHIDA E PICCAROLO, 2005) ao cálculo do módulo de elasticidade. Ensaio realizados com cargas menores (até 0,35  $\mu\text{N}$ ) mostraram resultados ainda mais dispersos, provavelmente em decorrência da maior sensibilidade às irregularidades da superfície de ensaio.

Apesar dos problemas discutidos, ao menos qualitativamente, os resultados da nanoindentação via AFM mostraram coerência com outras técnicas. Isso é um indicativo que a nanoindentação possa ser empregada para mapeamento de propriedades em peças moldadas por injeção, desde que a preparação das amostras garanta condições favoráveis ao ensaio. A otimização dos parâmetros operacionais (sobretudo carga aplicada, frequência da penetração, constante de mola da haste) deve ser investigada para minimizar a dispersão de resultados.

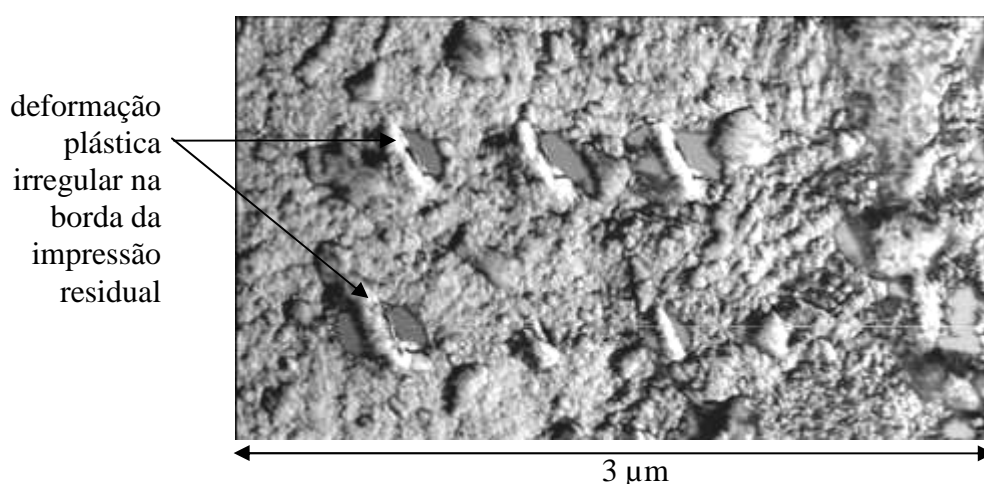


figura 16. Imagem obtida por AFM mostrando um grupo de impressões residuais após ensaios de nanoindentação.